N° D'ORDRE :
63

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE TOULOUSE

POUR OBTENIR

LE TITRE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

Pierre VIART

1re THÈSE

ASPECTS TECHNOLOGIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DESSICCATION ET DE LA FERMENTATION DU TABAC PARAGUAY

2e THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 21 *juin* 1962, *devant la Commission d'Examen :*

Monsieur A. BRUNEL..... .. *Président*
Madame G. BRUNEL-CAPELLE. } *Examinateurs*
Monsieur C. MARTIN..... .... }

BERGERAC
IMPRIMERIE GÉNÉRALE DU SUD-OUEST (H. TRILLAUD ET Cie)

1962

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547605_0021

N° D'ORDRE :
63

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE TOULOUSE

POUR OBTENIR

LE TITRE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

Pierre VIART

1re THÈSE

ASPECTS TECHNOLOGIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DESSICCATION ET DE LA FERMENTATION DU TABAC PARAGUAY

2e THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 21 juin 1962, devant la Commission d'Examen :

Monsieur A. BRUNEL..... *Président*
Madame G. BRUNEL-CAPELLE. } *Examinateurs*
Monsieur C. MARTIN..... }

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

BERGERAC
IMPRIMERIE GÉNÉRALE DU SUD-OUEST (H. TRILLAUD ET Cie)

1962

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

ADMINISTRATION

MM.

DURAND ..... Doyen.

MM.

COMBES ..... Assesseur.

HONORARIAT

CAMICHEL ..... Professeur honoraire, Membre de l'Institut.

CAPDECOMME .... Doyen honoraire.

CHALAUD ..... Professeur honoraire.

DELTHEIL ..... Recteur honoraire, Doyen honoraire, Professeur honoraire.

DUPOUY ..... Doyen honoraire, Membre de l'Institut, Directeur général honoraire du C.N.R.S.

GAUSSEN ..... Professeur honoraire, Correspondant de l'Institut.

JACOB ..... Professeur honoraire, Membre de l'Institut.

MIGNONAC ..... Professeur honoraire.

PROFESSEURS

VANDEL ..... Zoologie, Membre de l'Institut.

CATHALA ..... Chimie, Physique et Electrochimie.

ESCANDE ..... Mécanique des fluides, Membre de l'Institut.

JACQUES ..... Mathématiques générales.

DUPOUY ..... Physique, Membre de l'Institut.

CASTERAS ..... Géologie.

BEDOS ..... Chimie.

CAPDECOMME .... Minéralogie.

DUPIN ..... Radioélectricité.

TEISSIE-SOLIER .. Electrotechnique.

NOUVEL ..... Biologie générale.

GALLAIS ..... Chimie.

DURAND ..... Physique.

FERT ..... Physique.

DIEHL ..... Agronomie.

COMBES ..... Calcul différentiel et intégral.

LESBRE ..... Chimie organique.

BLAIZOT ..... Physiologie.

BRUNEL ..... Physiologie végétale.

MORQUER ..... Cryptogamie.

HURON ..... Mathématiques appliquées.

FOUCHE ..... Physique du Globe.

MARGULIS ..... Pédologie.

TRICHE ..... Chimie analytique et Spectrographie.

PASQUALINI .... Mathématiques.

LEDOUX ..... Zoologie appliquée.

RIVALS ..... Agriculture.

PERRIER ..... Physique.

MATHIS ..... Chimie.

ORLIAC ..... Géochimie et Minéralogie.

LAFOURCADE .... Physique.

ANGELIER ..... Zoologie.

M[lle] DE FERRE.. Botanique.

FARRAN ..... Minéralogie et Géotechnique.

LAUDET ..... Physique théorique et Calcul numérique.

SERFATY ..... Biologie animale.

NOUGARO ..... Hydraulique générale et appliquée.

LAGASSE ..... Electrotechnique.

GARDY ..... Génie chimique.

BLANC ..... Physique nucléaire.

BIREBENT ..... Electronique appliquée.

VOIGT ..... Chimie minérale.

LEREDDE ..... Botanique.

LELUBRE ..... Géologie.

TROCHAIN ..... Botanique.

GOUYON ..... Mécanique rationnelle et appliquée.

BAYET ..... Physique.

MASDUPUY ..... Chimie propédeutique.

PROFESSEURS SANS CHAIRE

LACROIX ..... Techniques agricoles.

HAMANT ..... Botanique.

M[me] BRUNEL ... Physiologie végétale.

GAUTIER ..... Physique propédeutique.

M[lle] BERDUCOU.. Physiologie végétale.

MAITRES DE CONFÉRENCES

LALAGÜE ..... Mathématiques.

BLANCHARD .... Mathématiques.

LASCOMBES ..... Botanique.

MARONI ..... Chimie.

SECONDAT ..... Zootechnie et Hydrobiologie appliquée.

MIQUEL ..... Chimie propédeutique.

PICCA ..... Physique.

RAYNAUD Pierre.. Physiologie animale.

GERBER ..... Mécanique des fluides.

ASSELINEAU .... Chimie biologique.

MERIÇ ..... Mathématiques appliquées.

COLIN ..... Physique.

BEETSCHEN .... Biologie générale.

PULOU ..... Minéralogie.

MARTIN ..... Physiologie végétale.

LACOSTE ..... Electrotechnique.

AGID ..... Physiologie.

MONTEL ..... Chimie.

COULON ..... Physique industrielle.

REY ..... Botanique.

CRUMEYROLLE .. Mathématiques.

JOURDHEUIL .... Zoologie.

BUGAREL ..... Génie chimique.

CAMBOU ..... Physique.

MEDIONI ..... Psychophysiologie comparée.

BONNET ..... Maître de conférences adjoint.

CHARGÉ DES FONCTIONS DE MAITRE DE CONFÉRENCES

MASCART ..... Mathématiques.

SECRÉTARIAT

ARGILAS ..... Secrétaire principal.

A MES PARENTS

A MA FEMME

A MES FILS

PREMIÈRE THÈSE

ASPECTS TECHNOLOGIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DESSICCATION ET DE LA FERMENTATION DU TABAC PARAGUAY

ASPECTS TECHNOLOGIQUES ET BIOCHIMIQUES DE LA DESSICCATION ET DE LA FERMENTATION DU TABAC PARAGUAY

PLAN DU MÉMOIRE

INTRODUCTION

Chapitre I

MATÉRIEL D'ÉTUDE

Conditions de culture.

Schéma général de l'échantillonnage

1) Etude de l'évolution du tabac au cours du séchage et de la fermentation.
2) Etude de l'influence de la maturité et des conditions de récolte sur le comportement au séchoir.
3) Comparaison entre la fermentation artificielle et la fermentation naturelle.

Constitution des échantillons.

1) Echantillons comparables.
2) Séries comparables d'échantillons.
3) Lots destinés à l'expertise après triage.

Traitement au séchoir.

1) Disposition dans les séchoirs.
2) Conditions météorologiques.
3) Appréciation du degré d'évolution des tabacs.

Fermentation.

1) Conservation après dépente.
2) Mise en fermentation.
3) Fermentation artificielle.
4) Fermentation naturelle.

Chapitre II

TECHNIQUES ANALYTIQUES

A) *Stabilisation - Détermination de la matière sèche.*

B) *Glucides.*

Sucres solubles.

1) Extraction alcoolique.
2) Distillation.
3) Microméthode de Baudouin et Lewin.
4) Critique de la méthode de stabilisation.

Amidon.

1) Solubilisation et extraction.
2) Hydrolyse enzymatique.
3) Hydrolyse acide.
4) Dosage proprement dit.

Pectines.

1) Extraction.
2) Saponification et hydrolyse enzymatique.
3) Dosage proprement dit.
4) Résultats.

Cellulose.

Méthode de Kürschner et Hoffer.

C) *Constituants azotés.*

Azote total.

Technique du micro-Kjeldhal.

Azote soluble.

1) Séparation de l'azote soluble.
2) Dosage de l'azote soluble total.
3) Azote insoluble.
4) Dosage de l'azote ammoniacal.
5) Dozage de l'azote amidé.
6) Critique de la méthode de stabilisation.

Alcaloïdes totaux.

1) Dosage pondéral à l'acide silicotungstique.
2) Critique de la méthode de stabilisation.

D) *Extrait à l'éther de pétrole.*

E) *Acides organiques.*

1) Mesure du pH.
2) **Alcalinité des cendres.**
3) Chromatographie sur colonne des acides organiques.

Chapitre III

ÉVOLUTION DE L'ASPECT DES FEUILLES ET DE LA MATIÈRE SÈCHE

A) *Evolution au cours de la dessiccation.*

Généralités.

1) Couleur.
2) Poids des feuilles.
3) Teneur en eau.
4) Matière sèche.

Influence de la date de récolte sur l'évolution au séchoir.

1) Influence sur l'évolution de la couleur.
2) Influence sur le rendement en poids.
   Variation du poids à la récolte.
   Influence sur la variation de la matière sèche au séchoir.
   Influence sur le rendement en poids.
3) Influence sur la qualité et la valeur.

Influence du mode de séchage en feuilles ou par plantes entières.

Observations sur l'évolution au cours de la dessiccation.

1) Variation du poids.
2) Variation de l'eau des feuilles.
3) Variation de la matière sèche.

Conclusions.

B) *Evolution au cours du stockage avant fermentation.*

C) *Evolution au cours de la fermentation et du stockage.*

Généralités.

1) Aspect et propriétés physiques.
2) Diminution du poids et de la teneur en eau.

Variation de la matière sèche.

Conclusions.

Chapitre IV

GLUCIDES

Teneurs à la récolte.

1) Amidon.
2) Sucres solubles.
3) Sucres totaux (amidon + sucres solubles).
4) Cellulose.
5) Pectines.
6) Glucides totaux.

Variation au cours de la dessiccation.

1) Sucres totaux.
2) Cellulose.
3) Pectines.
4) Glucides totaux.

Variation au cours de la fermentation.

1) Sucres totaux.
2) Cellulose.
3) Pectines.
4) Glucides totaux.

Discussion.

Chapitre V

CONSTITUANTS AZOTÉS

Teneurs à la récolte.

1) Azote total.
2) Azote insoluble - Azote soluble total.
3) Fractions azotées solubles.
   Azote ammoniacal et amidé.
   Nicotine.
   Azote soluble résiduel.

Variation au cours de la dessiccation.

1) Azote total.
2) Azote insoluble - Azote soluble total.
3) Fractions azotées solubles.
   Azote ammoniacal.
   Azote amidé.
   Nicotine.
   Azote soluble résiduel.

Variation au cours de la fermentation.

1) Azote total.
2) Azote insoluble - Azote soluble total.
3) Fractions azotées solubles.
   Azote ammoniacal.
   Azote amidé.
   Nicotine
   Azote soluble résiduel.

Acides aminés libres.

Chapitre VI

EXTRAIT A L'ÉTHER DE PÉTROLE

Teneurs à la récolte.

Variation au cours de la dessiccation.

Variation au cours de la fermentation.

Chapitre VII

pH.

Alcalinité des cendres.

Acidité de titration.

Acides organiques.

CONCLUSION

Techniques analytiques.

Evolution au cours du séchage et de la fermentation.

1) Glucides.
   Variation pendant la dessiccation.
   Variation pendant la fermentation.
2) Matières azotées.
   Variation pendant la dessiccation.
   Variation pendant la fermentation.
3) Extrait à l'éther de pétrole.
4) Acides organiques.
5) Matière sèche et rendement en poids.
   Variation pendant la dessiccation.
   Variation pendant la fermentation.
   Essai de bilan - matière sèche.

Résumé.

INTRODUCTION

Avant d'être livré à la fabrication, le tabac subit des traitements qui transforment le végétal en matière première. Les propriétés physiques et organoleptiques du produit sont vraisemblablement fonction de sa composition chimique finale, qui dépend évidemment des conditions de culture, mais aussi des conditions de dessiccation et de fermentation dont les principes généraux sont rappelés ci-dessous (1).

Après sa récolte, en août et septembre, le tabac Paraguay est suspendu dans des séchoirs à air naturel, dont l'intérieur est aménagé de façon différente suivant que la cueillette est faite par plantes entières ou en feuilles ; dans ce dernier cas, on divise habituellement les feuilles en trois groupes (feuilles basses, médianes et hautes) donnant lieu à des récoltes successives effectuées à maturité technique.

La conduite du séchage est sensiblement la même, quel que soit le mode de traitement choisi (en tiges ou en feuilles).

Au cours de la première phase, jaunissement ou jaunissage, les locaux sont maintenus autant que possible fermés ; l'atmosphère du séchoir présente alors une forte humidité relative qui prolonge la vie des feuilles pendant un certain temps et assure une évolution correcte et homogène du tabac. Si la température est trop faible, le jaunissement ne se produit pas ; si elle est trop élevée, le séchage est trop rapide et on obtient des produits bigarrés ; l'évolution peut être interrompue par meurtrissure ou insolation et les plages atteintes restent vertes.

La seconde phase est dite de brunissement ou brunissage. Le séchoir est aéré de façon à diminuer progressivement l'humidité relative de l'atmosphère. Les feuilles deviennent brunes ; l'homo-

(1) *La Production du Tabac, Principes et méthodes*, par GISQUET et HITIER, 2e éd., 1961, Baillière & Fils, Paris.

généité de la couleur dépend du réglage judicieux de la ventilation au cours des premiers jours de cette seconde phase.

La troisième phase enfin consiste en une réduction des côtes ou nervures médianes qui sont demeurées gorgées d'eau jusqu'à la fin du brunissement. On accélère autant que possible l'évaporation de l'eau en maintenant les séchoirs ouverts. Cette dernière étape est néanmoins la plus longue.

Lorsque la dessiccation est terminée, le tabac est dépendu et conservé pendant deux ou trois mois en touffes, constituées par la réunion de guirlandes de feuilles, ou en bancs, lorsque le séchage s'est effectué par plantes entières ; dans ce cas, après dépente, les pieds sont effeuillés et les trois étages de feuilles maintenus séparés.

Après triage et manocage, les planteurs livrent leurs récoltes aux Centres de fermentation. En France, le traitement le plus répandu est la fermentation naturelle en bancs : des lits horizontaux de manoques sont superposés pour constituer des masses relativement importantes où le tabac s'échauffe spontanément et fermente. Deux ou trois retournements, au cours desquels les bancs de fermentation sont démontés et reconstruits, permettent un traitement uniforme de toutes les manoques. Ce procédé dure quatre mois environ, nécessite des manipulations nombreuses et demande beaucoup de place. Certains magasins ont été équipés pour réaliser la fermentation en chambres chaudes, ou fermentation artificielle. Le tabac est disposé en balles d'assez faible importance (30-40 kg) dans des chambres où l'air est conditionné : température 50 à 60 °C, humidité relative 70 % environ. Après huit à dix jours de traitement, on refroidit et lorsque la température à l'intérieur des balles est voisine de 35-40 °C, ces dernières sont sorties des chambres et encarrassées jusqu'à ce que le refroidissement soit terminé.

Après fermentation, le tabac est mis en balles définitives qui sont stockées puis livrées aux Manufactures au fur et à mesure des besoins.

Dans la pratique, le technicien doit souvent tenir compte de facteurs divers (conditions climatiques au cours de la dessiccation, teneur en eau du produit au cours de la conservation ou de la fermentation...) qui peuvent compliquer la conduite des divers traitements.

OBJET DU PRÉSENT TRAVAIL

La dessiccation du tabac s'accompagne de transformations chimiques qui se traduisent par une diminution sensible de la matière sèche initiale (10-30 %). Il est vraisemblable que ces transformations sont fonction des conditions de culture, puisque ces dernières ont une influence sur la composition du végétal. On ne peut envisager de préciser en une seule fois l'influence sur l'évolution au cours du séchage de tous les facteurs susceptibles d'intervenir (date de plantation, sol, fumure, façons culturales, arrosage, mode de cueillette, maturité, conditions climatiques pendant la végétation...). D'autre part, il n'a pas été possible d'étudier avec suffisamment de précision l'influence des conditions de séchage (température, humidité relative de l'air, compacité au séchoir...).

En ce qui concerne la dessiccation, le présent travail est donc limité à l'étude de l'évolution au séchoir des divers étages foliaires habituellement considérés (feuilles basses, médianes et hautes) de tabacs cultivés et séchés selon les méthodes traditionnelles. De plus, des récoltes échelonnées dans le temps mais provenant des mêmes plantations permettent de préciser l'influence de certaines conditions de cueillette sur la composition des feuilles avant et après séchage et d'expliquer certaines différences constatées dans le comportement au séchoir.

Les transformations au cours de la fermentation sont quantitativement moins importantes que celles qui se produisent pendant la dessiccation ; elles se traduisent néanmoins par une certaine perte de matière sèche et une modification de l'aspect physique des feuilles et des propriétés organoleptiques. L'étude de ces transformations a été entreprise dans les deux cas de fermentation naturelle et de fermentation artificielle, conduites l'une et l'autre selon les normes habituelles.

Les deux premiers chapitres sont consacrés respectivement au matériel d'étude et à la préparation des échantillons d'une part, aux méthodes d'analyse chimique d'autre part.

Le chapitre III traite des aspects technologiques de l'évolution des tabacs et les chapitres suivants des aspects chimiques :

Chapitre IV. — Glucides.
Chapitre V. — Matières azotées.
Chapitre VI. — Extrait à l'éther de pétrole.
Chapitre VII. — Acides organiques.

Chacun de ces chapitres comporte l'étude :

Du tabac au moment de la récolte,	En fonction des étages foliaires et de la maturité.
Des transformations pendant le séchage,	
Des transformations pendant la fermentation.	En fonction des étages foliaires et de la méthode de traitement.

De nombreux travaux ont déjà été réalisés sur les sujets proposés. Ils ne traitent généralement qu'une partie du programme envisagé et feront l'objet de références au cours de l'exposé des résultats. Il convient toutefois de citer le travail de Vickery et Meiss (1953) qui se rapporte à l'effet du séchage et de la fermentation sur la composition de feuilles de tabacs pour capes de cigares (variété Connecticut). Cet ouvrage contient une description détaillée de l'organisation de l'essai et des méthodes chimiques, et de nombreux résultats.

Ce travail a été effectué à l'Institut Expérimental du Tabac de Bergerac et au Laboratoire de Physiologie Végétale de la Faculté des Sciences de Toulouse, sous la direction de Monsieur le Professeur Brunel. Remerciant ce Maître de l'honneur qu'il me fait en présidant le jury de cette thèse, je suis heureux de lui exprimer mon affectueuse reconnaissance pour sa bienveillante sollicitude qui a ouvert la voie de mes recherches, et ses conseils éclairés qui m'ont permis de les mener à bien.

Je prie Madame Brunel-Capelle, Professeur, de bien vouloir agréer mes hommages de gratitude pour ses encouragements.

Je remercie Monsieur Martin, Maître de Conférences, qui a bien voulu accepter de faire partie de mon jury.

Que Monsieur Grimanelli, Directeur Général,

Monsieur Vesperini,

Monsieur Vessereau, Inspecteurs Généraux du Service d'Exploitation Industrielle des Tabacs et Allumettes, veuillent bien trouver ici le témoignage de ma reconnaissance et de mon dévouement.

Je prie Monsieur P. Chanceaulme, Directeur, et Monsieur H. Hitier, Directeur de Recherches à l'Institut Expérimental du Tabac, d'agréer l'expression de ma gratitude pour l'amitié, l'aide et les conseils que j'ai toujours trouvés auprès d'eux.

Je remercie mes collègues de l'Institut de Bergerac pour leurs encouragements et leur constant témoignage de sympathie, et le personnel technique qui, avec dévouement, m'a secondé dans mes travaux.

CHAPITRE PREMIER

MATÉRIEL D'ÉTUDE

Conditions de culture.

Toutes les recherches, aussi bien technologiques que chimiques, ont été faites par comparaison d'échantillons constitués au moment de la récolte. Deux études ont été effectuées parallèlement sur des tabacs provenant de deux parcelles S1 et S2.

Il s'agissait de tabacs de la variété Paraguay-Périgueux 48 cultivés dans les conditions normales sur des sols d'alluvions modernes de la vallée de la Dordogne :

— Compacité : 38 000.
— Taux d'écimage : 10.
— Ébourgeonnement à l'huile.
— Fumure à l'hectare fumier : 45 tonnes.
P_2O_5 : 300 kg de scories 18 %.
K_2O : 200 kg de SO_4K_2 48 %.
N : 300 kg d'ammonitre 20 %.

La transplantation fut relativement précoce en S1 (25 mai 1960) et tardive en S2 (11 juin 1960). La croissance en S2 fut assez lente en raison de la sécheresse qui suivit la reprise et du temps sec et froid du mois de juillet ; un léger arrosage (18 mm) fut pratiqué le 22 juillet pour aider le départ de la végétation.

Les plantes furent écimées le 15 juillet en S1 et le 1er août en S2.

Les conditions exceptionnelles d'humidité qui furent observées ensuite (151,4 mm de pluie en août au lieu de 70 mm en moyenne pour dix ans à Bergerac et 148,5 mm en septembre au lieu de 65 mm) n'ont pas permis d'atteindre, même pour les feuilles basses, un stade de surmaturité extrême qui eût apporté des renseignements intéressants sur la composition des feuilles dans cet état.

SCHÉMA GÉNÉRAL DE L'ÉCHANTILLONNAGE

L'essai comprenait plusieurs parties nécessitant la constitution de plusieurs séries d'échantillons :

1° Étude de l'évolution des tabacs des différents étages foliaires au cours du séchage et de la fermentation :

a) évolution de la couleur et de la matière sèche,

b) évolution de certains constituants chimiques ;

2° Étude de l'influence de la maturité et des conditions de récolte sur le comportement au séchoir :

a) influence sur la rapidité du séchage, la perte de matière sèche et le rendement en poids,

b) influence sur la qualité des produits obtenus,

c) influence sur certains termes chimiques et leur évolution ;

3° Comparaison entre la fermentation artificielle et la fermentation naturelle :

a) perte de matière sèche au cours du traitement et après un certain temps de stockage,

b) évolution chimique en fonction du traitement.

1. Étude de l'évolution du tabac au cours du séchage et de la fermentation.

Dans chaque parcelle d'essai (S1 et S2) et pour chaque étage foliaire trois séries de dix échantillons (1 à 10, 11 à 20, 21 à 30) furent constituées à la récolte.

L'évolution de la couleur a été suivie au séchoir sur le tabac à la pente afin de préciser les différents stades (fin de jaunissement, fin de brunissement) auxquels les échantillons devaient être prélevés.

La matière sèche a été déterminée au moment de la récolte ; la perte de matière sèche au cours des traitements peut ensuite être rapportée à cette valeur initiale.

Les déterminations chimiques suivantes ont été effectuées sur tous les échantillons :

— sucres solubles réducteurs avant et après hydrolyse acide faible ;

— amidon ;
— matières pectiques ;
— cellulose ;
— azote total ;
— azote soluble total, azote ammoniacal, azote amidé ;
— alcaloïdes totaux ;
— extrait à l'éther de pétrole ;
— alcalinité des cendres ;
— pH.

En outre, quelques chromatographies sur colonne de résine ont été effectuées en vue de préciser la nature des acides organiques et l'évolution éventuelle des acides représentés pendant la dessiccation.

TABLEAU I

Évolution au cours du séchage et de la fermentation
Stades de prélèvement des échantillons

1, 2 : Récolte.	11 : Dépente.	21, 22 : Avant la mise en fermentation.
3, 4 : Jaunissement.	12, 13 : Avant la mise en fermentation.	23, 24 : Emballage après fermentation artificielle.
5, 6 : Brunissement.	14, 15 : Fin de la phase active de fermentation artificielle.	25, 26 : Emballage après fermentation naturelle.
7, 8 : Dépente.	16 : Emballage après fermentation artificielle.	27, 28 : Tabacs fermentés artificiellement après stockage.
9, 10 : Avant la mise en fermentation.	17, 18 : Premier retournement en fermentation naturelle.	29, 30 : Tabacs fermentés naturellement après stockage.
	19 : Deuxième retournement en fermentation naturelle.	
	20 : Emballage après fermentation naturelle.	

Le tableau I indique les stades auxquels ont été effectués les divers prélèvements. Les trois séries d'échantillons devaient permettre d'étudier respectivement l'évolution des tabacs pendant le séchage (1 à 10), la fermentation (11 à 20) et le stockage en balles (21 à 30).

2. Étude de l'influence de la maturité et des conditions de récolte sur le comportement au séchoir.

Les feuilles basses ont fait l'objet d'un certain nombre de cueillettes successives, six pour la parcelle S1, cinq pour la parcelle S2.

Trois récoltes seulement ont été envisagées pour les feuilles médianes et hautes. En outre, à l'époque habituelle de récolte des plantes entières, une cueillette simultanée des trois étages foliaires a été réalisée.

Le tableau II indique la répartition dans le temps des différentes récoltes. Lors de chacune d'elles dix échantillons comparables furent constitués. Ils servirent à suivre l'évolution au séchoir de la couleur et de la matière sèche. Les mêmes déterminations chimiques que celles mentionnées précédemment furent effectuées aux stades Récolte et Dépente. La qualité des produits obtenus en fin de séchage fut déterminée sur des lots parallèles plus importants. Le tableau III indique les stades de prélèvement des échantillons pour l'étude de l'influence de la maturité.

3. Comparaison entre la fermentation artificielle et la fermentation naturelle.

La comparaison a été faite à partir des séries d'échantillons définies précédemment pour l'étude de l'évolution au cours du séchage et de la fermentation. Les prélèvements ont été effectués comme l'indique le tableau I.

Le tableau III montre comment la seconde partie de l'essai peut aussi être utile dans ce cas.

CONSTITUTION DES ÉCHANTILLONS

1. Échantillons comparables.

L'échantillonnage fut réalisé suivant le plan décrit et détaillé par Vickery et Meiss (1953). Les dix échantillons constitués à chaque cueillette avec un maximum de précision comprenaient un nombre réduit de feuilles (30 ou 40), intéressant un nombre maximum de

TABLEAU II

Répartition dans le temps des différentes récoltes

Parcelle S1		Parcelle S2		Destination des échantillons
Désignation	Date de récolte	Désignation	Date de récolte	
S1B0	25 juillet	—	—	Récoltes anticipées des feuilles basses.
S1B1	3 août	S2B1	10 août	
S1B2	12 août	S2B2	20 août	Feuilles basses à maturité.
S1B3	25 août	S2B3	31 août	Récoltes retardées des feuilles basses.
S1B4	29 août	S2B4	5 septembre	
S1B5	8 septembre	S2B5	23 septembre	
S1M1	13 août	S2M1	22 août	Récolte anticipée des feuilles médianes.
S1M2	26 août	S2M2	1er septembre	Feuilles médianes à maturité.
S1M3	10 septembre	S2M3	22 septembre	Récolte retardée des feuilles médianes.
S1H1	27 août	S2H1	2 septembre	Récolte anticipée des feuilles hautes.
S1H2	8 septembre	S2H2	22 septembre	Feuilles hautes à maturité.
S1H3	23 septembre	S2H3	1er octobre	Récolte retardée des feuilles hautes.
S1B4 S1MT S1HT	29 août	S2B4 S2MT S2HT	5 septembre	Récolte simultanée des trois étages foliaires.

TABLEAU III

Stades de prélèvement des échantillons destinés à étudier l'influence de la maturité

1. Récolte.	6. Fin de la phase active de fermentation artificielle.
2. Jaunissement.	7. Démontage des bancs de fermentation naturelle.
3. Brunissement.	8. Tabacs fermentés artificiellement après stockage.
4. Dépente.	9. Tabacs fermentés naturellement après stockage.
5. Avant la mise en fermentation.	10. (Non défini).

plantes (30 ou 40) réparties au hasard sur des parcelles de dix pieds sur dix. La technique du prélèvement permettait d'obtenir pour chaque rang longitudinal et transversal de la plantation, dans chaque échantillon, 3 feuilles (basses ou hautes) ou 4 (médianes) provenant de pieds différents et représentant les 3 (ou 4) niveaux foliaires intéressés par la récolte.

Soit A, B, C... I, J les dix échantillons distribués en carré latin de la façon suivante :

(1)	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
(2)	D	A	G	I	J	E	C	B	F	H
(3)	B	G	A	E	H	C	F	I	J	D
(4)	J	D	E	H	B	A	I	C	G	F
(5)	G	I	F	B	A	D	H	J	C	E
(6)	F	E	B	C	D	I	J	G	H	A
(7)	C	H	J	G	F	B	E	A	D	I
(8)	I	J	D	A	C	H	B	F	E	G
(9)	H	C	I	F	G	J	D	E	A	B
(10)	E	F	H	J	I	G	A	D	B	C

Sur le terrain, lors de la récolte du rang longitudinal (4), par exemple, les caisses destinées à recevoir les échantillons étaient réparties comme les lettres de la ligne (4) du carré latin ci-dessus : J, D, E, H, B, A, I, C, G, F. Les feuilles récoltées sur ce rang étaient distribuées dans les caisses comme l'indique le tableau IV où les nombres donnent l'ordre des pieds sur le rang et les lettres *a*, *b*, *c*, *d*, les niveaux foliaires de bas en haut intéressés par la cueillette.

TABLEAU IV

Distribution des feuilles dans les échantillons lors de la récolte

Echantillons		J	D	E	H	B	A	I	C	G	F
Feuilles médianes	Récolte de bas en haut	1*a*	1*b*	1*c*	1*d*	2*a*	2*b*	2*c*	2*d*	3*a*	3*b*
		3*c*	3*d*	4*a*	4*b*	4*c*	4*d*	5*a*	5*b*	5*c*	5*d*
	Récolte de haut en bas	6*d*	6*c*	6*b*	6*a*	7*d*	7*c*	7*b*	7*a*	8*d*	8*c*
		8*b*	8*a*	9*d*	9*c*	9*b*	9*a*	10*d*	10*c*	10*b*	10*a*
Feuilles basses et hautes	Récolte de bas en haut	1*a*	1*b*	1*c*		2*a*	2*b*	2*c*		3*a*	3*b*
		3*c*		4*a*	4*b*	4*c*		5*a*	5*b*	5*c*	
	Récolte de haut en bas		6*c*	6*b*	6*a*		7*c*	7*b*	7*a*		8*c*
		8*b*	8*a*		9*c*	9*b*	9*a*		10*c*	10*b*	10*a*

Remarques :

1° La récolte se fait de bas en haut sur les cinq premiers pieds du rang et de haut en bas à partir du sixième pour éviter que deux feuilles de même étage foliaire soient réunies dans le même échantillon.

2° Il est facile de se rendre compte dans l'exemple choisi que la troisième feuille du cinquième pied va dans l'échantillon G et la deuxième feuille du septième pied dans l'échantillon I.

3° Pour les feuilles basses et les feuilles hautes où trois feuilles par pied seulement sont récoltées, on ne tient pas compte du niveau *d*.

4° Pour la récolte d'un autre rang, il suffit de remplacer la première ligne du tableau par la suite des lettres figurant au carré latin à la ligne correspondante : I, J, D, A, C, H, B, F, E, G pour le rang (8) par exemple.

2. Séries comparables d'échantillons.

Pour pouvoir comparer entre elles les données obtenues pour des cueillettes effectuées à des dates différentes, il fallait tenir compte de l'influence de l'hétérogénéité du sol. En effet, pour réaliser toutes les récoltes figurant au tableau II, on devait disposer

de dix parcelles de dix pieds sur dix, ce qui représentait une surface de terrain assez importante et qui pouvait ne pas être homogène.

Les parcelles destinées aux différentes cueillettes furent donc subdivisées en cinq parties, comprenant chacune, théoriquement, deux plantes sur dix rangs et réparties sur toute la longueur du terrain consacré à l'essai.

3. Lots destinés a l'expertise après triage.

Dans chacune des fractions de parcelle définies ci-dessus, il était absolument nécessaire de trouver deux plantes normales par rang. D'autre part, il fallait disposer pour chaque cueillette de lots relativement importants en vue de déterminer la qualité des produits obtenus après dessiccation et triage.

Pratiquement chaque fraction fut donc prévue de cinq plantes sur dix rangs ; deux d'entre elles servirent à constituer les échantillons à prélever en cours de traitement et destinés à l'étude des variations de poids et à la chimie ; les feuilles des trois autres furent récoltées simultanément et permirent de constituer un lot destiné à l'expertise après triage.

En résumé, l'agencement sur le terrain des parcelles à récolter permit de constituer pour chacun des termes envisagés au tableau II, une série de dix échantillons comparables entre eux et comprenant un nombre réduit de feuilles, et un lot plus important de 450 feuilles (basses ou hautes) ou 600 feuilles (médianes) destiné à l'expertise après triage.

D'autre part, à un même stade de végétation, les diverses séries d'échantillons de feuilles d'un même niveau foliaire étaient identiques puisque chacune d'elles fut réalisée pratiquement sur toute la surface du terrain consacré à l'essai.

Les dix échantillons correspondant à chaque type de cueillette furent pesés à la récolte en vue de déterminer leur poids moyen et de connaître ainsi les corrections à apporter aux poids trouvés ultérieurement.

TRAITEMENT AU SÉCHOIR

1. Disposition dans les séchoirs.

La mise à la pente des échantillons à prélever en cours de séchage fut faite avec beaucoup de précautions. Toutes les guirlandes furent repérées et, autant que possible, disposées dans le séchoir de façon à obtenir un comportement comparable des tabacs d'une même série.

Pourtant il était impossible de traiter tous les tabacs de l'essai dans le même local, car il s'écoulait plus de soixante jours entre les récoltes extrêmes. Comme les conditions de séchage ne furent pas les mêmes dans tous les séchoirs, quelques anomalies ont pu se manifester ; elles seront signalées et expliquées au cours de l'exposé des résultats.

2. Conditions météorologiques.

Les conditions exceptionnelles de température et d'humidité de l'été 1960 étaient assez défavorables à la bonne marche de la dessiccation. Il fut généralement nécessaire d'entretenir des feux dans les séchoirs ; cependant quelques accidents résultant de fermentation à la pente ne purent être évités.

Les moyennes par décade des températures, les hauteurs des précipitations et les hygrométries moyennes relevées pendant les mois d'août, septembre et octobre 1960 ainsi que les moyennes correspondantes des dix dernières années se trouvent résumées au tableau V.

3. Appréciation du degré d'évolution des tabacs.

En vue de comparer les vitesses de dessiccation des tabacs récoltés à des époques différentes et pour déterminer la date des prélèvements (jaunissement, brunissement, dépente), il est indispensable de pouvoir décrire avec précision l'aspect des feuilles au séchoir.

Il faut pour cela tenir compte à la fois des diverses couleurs représentées sur les feuilles, de leur importance relative sur la surface foliaire et du degré de réduction de la nervure médiane. Une simple description n'est pas toujours suffisante et il a paru intéressant d'attribuer aux tabacs à la pente une cote en fonction du degré d'évolution. Naturellement cette cotation n'est pas abso-

TABLEAU V

Conditions météorologiques de l'année 1960
pendant la période de séchage

	1960			Moyennes de 1951 à 1960		
	Température (°C)	Précipitations (mm)	Hygrométrie (%)	Température (°C)	Précipitations (mm)	Hygrométrie (%)
1-10 août	18,26	66,5	77	19,97	15,32	70,8
11-20 août	18,04	45,3	77	19,27	31,01	72,5
21-31 août	20,09	39,6	78	19,29	23,66	74,8
1-10 septembre	16,76	58,9	80	18,75	15,68	75,8
11-20 septembre	16,08	58,4	79	17,17	25,14	77,8
21-30 septembre	16,25	31,2	82	16,45	23,92	80,1
1-10 octobre..	14,84	95,4	89	13,97	21,41	82,7
11-20 octobre..	9,75	16,3	86	13,01	13,84	86,6
21-31 octobre..	12,70	52,5	87	11,17	24,73	87,6
Août	18,83	151,4	77,6	19,44	69,99	72,5
Septembre ...	16,36	148,5	78,4	17,43	64,74	77,8
Octobre	12,44	164,2	87,3	12,63	59,98	85,7

lument objective, mais pratiquée par le même opérateur, elle donne des résultats assez reproductibles.

Le principe de cette cotation est le suivant. Parenchyme et nervure médiane sont examinés successivement. La cote couleur est calculée en tenant compte des proportions relatives des surfaces des différentes teintes sur le parenchyme ; à chaque teinte est attribué un coefficient :

10 pour le vert foncé,
20 pour le vert,
30 pour le jaune,
40 pour la couleur définitive.

Pour tenir compte du degré de réduction de la nervure médiane, on ajoute à la cote obtenue précédemment un nombre de 0 à 10 selon l'état de la nervure ; 0 si elle est intacte, 3 si elle commence à se rider, 5 si elle est complètement ridée, 10 si la réduction est terminée. Les valeurs intermédiaires sont également utilisées.

L'état de chaque feuille est donc indiqué par une note comprise

entre 10 et 50 ; on définit alors l'état moyen des feuilles d'un échantillon en faisant la moyenne arithmétique des cotes individuelles.

Soit un échantillon de feuilles basses S1B0 (tableau II) récoltées depuis le 25 juillet. Au 6 août, après dix jours de séchage, les trente feuilles de l'échantillon prélevé se distribuaient ainsi qu'il est indiqué au tableau VI. La cote moyenne trouvée étant de 29,1, on admettra donc que pour ces feuilles le jaunissement était pratiquement terminé ; en effet la cote 30 correspond à des feuilles jaunes sur toute leur surface. Le même échantillon, examiné le 3 août, avait obtenu une cote moyenne de 24,5.

TABLEAU VI

Description après dix jours de séchage d'un échantillon de feuilles basses

Nombre de feuilles	Répartition des couleurs				Cote couleur	Nervure	Cotes individuelles	Cote moyenne
	vert foncé	vert	jaune	brun				
2	0	80 %	20 %	0	22	0	22	
3	0	70 %	30 %	0	23	0	23	
5	0	50 %	50 %	0	25	0	25	
1	0	40 %	50 %	10 %	27	0	27	
2	0	30 %	70 %	0	27	0	27	
6	0	10 %	80 %	10 %	30	0	30	
2	0	0	90 %	10 %	31	0	31	
4	0	0	70 %	30 %	33	0	33	
4	0	0	50 %	50 %	35	0	35	
1	0	0	20 %	80 %	38	2	40	
30								29,1

Remarques :

1° Certains tabacs virent directement du vert au brun, sans passer par la couleur jaune. La cote 30 déterminée pour ces feuilles définira un stade virtuel de jaunissement, en précisant l'époque du prélèvement.

2° Lors du prélèvement d'un échantillon, les feuilles ont été examinées en vue de déterminer la cote en fonction du degré d'évolution. Cette opération permettait également un contrôle de l'état sanitaire.

FERMENTATION

1. Conservation après dépente.

Les feuilles sèches ont été désenguirlandées et groupées par échantillon. En vue de permettre les déterminations ultérieures de la matière sèche, il fallait éviter les déchirures qui auraient abouti à la perte de fragments plus ou moins importants. Des précautions furent prises à ce sujet et les échantillons, conservés sous plastique par petits lots, furent l'objet d'une surveillance continue.

2. Mise en fermentation.

Avant la mise en fermentation, les feuilles furent examinées une à une, et les échantillons reconstitués en « manoques » et enveloppés d'une toile de coton à mailles lâches, destinée à assurer une protection mécanique lors des manipulations ultérieures tout en permettant les échanges gazeux. Au moment de la confection des balles de fermentation artificielle ou des bancs de fermentation naturelle, les échantillons y furent introduits au milieu d'une fourrure de tabacs destinée à assurer des conditions normales d'ambiance.

Les mêmes précautions furent observées lors de la confection des balles définitives en vue de l'étude du stockage après fermentation.

3. Fermentation artificielle.

a) *Phase active et refroidissement.* — Les balles provisoires destinées à la fermentation artificielle en chambres chaudes furent introduites dans les chambres le 26 février. Le chauffage commença le lendemain ; le régime dans l'air fut atteint en trente heures environ, mais la température du tabac s'éleva plus lentement. Le refroidissement débuta le 8 mars à 18 h et se poursuivit jusqu'à ce que la température du tabac soit voisine de 35 °C. Les balles furent alors sorties des chambres et entassées en bancs à l'extérieur jusqu'à complet refroidissement.

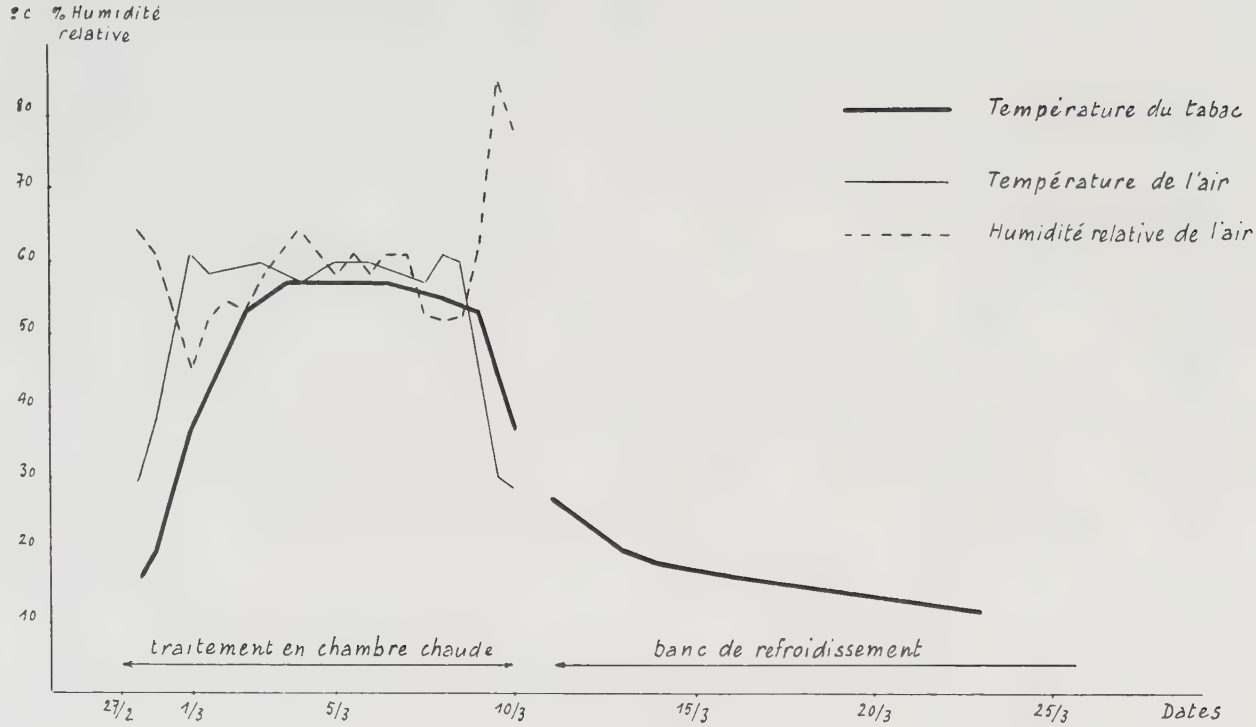
Le graphique I représente la température et l'humidité relative de l'air ambiant au cours du séjour en chambre et la température du tabac depuis la mise en fermentation jusqu'à la fin du refroidissement.

Il faut remarquer la faible hygrométrie (60 %) maintenue

GRAPHIQUE I

Fermentation artificielle

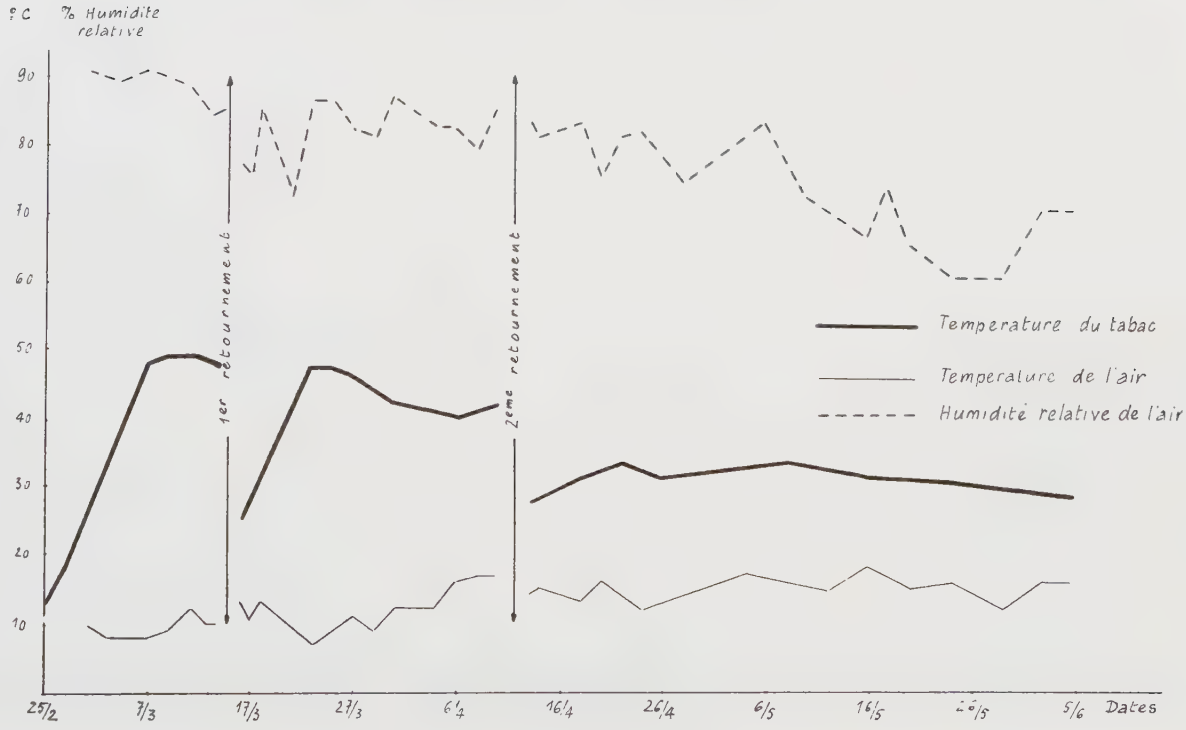
Conditions d'ambiance. — Température du tabac



GRAPHIQUE II

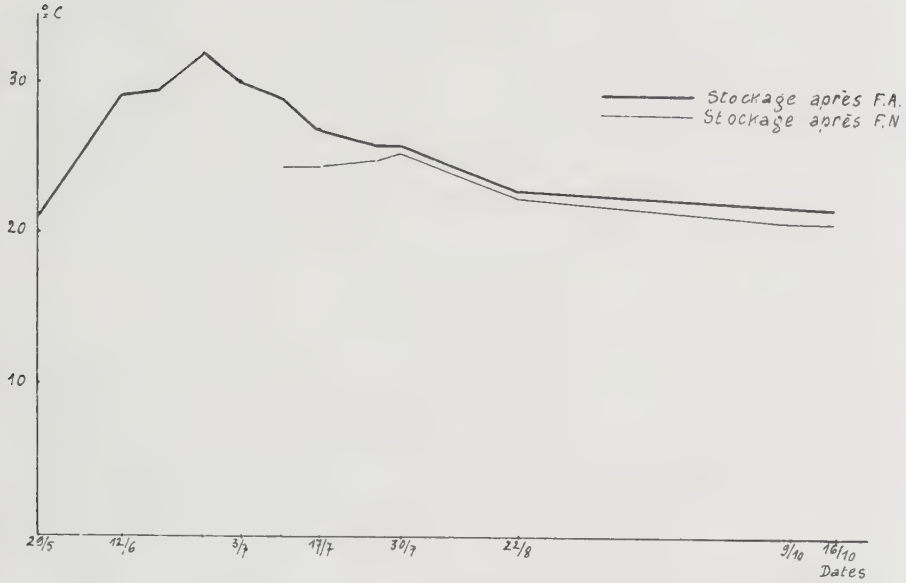
Fermentation naturelle

Conditions d'ambiance. — Température du tabac



GRAPHIQUE III

Évolution de la température du tabac pendant le stockage après fermentation



pratiquement pendant toute la durée de la fermentation. Les tabacs à traiter présentaient une assez forte teneur initiale en eau (27,5 %) ; le régime adopté était destiné à les assainir pour qu'ils se conservent ensuite en balles. La teneur en eau à l'emballage était de l'ordre de 22 %, avec une assez forte dispersion.

b) *Stockage après emballage.* — Les tabacs emballés définitivement ont été stockés pendant cinq mois (mai-octobre). Le graphique III montre la variation de température observée pendant cette période à l'intérieur de la balle contenant les échantillons. On constate un échauffement assez net pendant le premier mois du stockage, au cours duquel la température du tabac est demeurée de 5 à 10 °C supérieure à l'ambiance. Ensuite la température s'abaisse progressivement de fin juin au prélèvement qui a eu lieu le 17 octobre. Il est permis de supposer que la phase active de la fermentation artificielle est un processus incomplet et que les réactions qui y sont amorcées peuvent vraisemblablement se continuer ensuite au cours du stockage en balles définitives.

4. Fermentation naturelle.

a) *Séjour en bancs de fermentation.* — Le montage des masses fut terminé le 24 février. La température s'éleva jusqu'à 49 °C. Le premier retournement eut lieu le 15 mars et la température ne dépassa guère 45 °C. Après le second retournement (10 avril), les tabacs plafonnèrent à 30 °C pendant un certain temps. Les bancs furent démontés et les tabacs emballés pendant la deuxième quinzaine de juin. A ce stade, le tabac contenait 21-22 % d'eau.

Les températures relevées au cours de la fermentation en bancs sont figurées au graphique II, qui indique en outre la température et l'humidité relative de l'air du local de fermentation.

b) *Stockage après emballage.* — Après emballage (23 juin) les tabacs fermentés naturellement ont été stockés jusqu'en octobre, et la température à l'intérieur de la balle contenant les échantillons a été suivie pendant le stockage (graphique III).

Contrairement à ce qui a été mentionné pour les tabacs ayant subi la fermentation artificielle, on ne constate pas ici d'élévation nette de la température pendant cette période, ce qui laisse supposer des transformations plus complètes au cours du séjour en bancs de fermentation.

CHAPITRE II

TECHNIQUES ANALYTIQUES

A) STABILISATION

Détermination de la matière sèche.

La matière sèche des échantillons a été déterminée par pesée après passage à l'étuve.

Les tabacs prélevés étaient introduits dans une étuve à ventilation forcée, réglée à 100 °C et ayant un volume suffisant pour contenir les trente ou quarante feuilles à traiter. Après une nuit, le poids constant était atteint. Les tabacs secs étaient alors sortis de l'étuve et pesés à 0,05 g près.

Il est indispensable d'opérer rapidement, car le tabac est un matériel très hygroscopique ; par ailleurs, après un séjour à 100 °C, les feuilles sont brisantes, il est par conséquent nécessaire de les manipuler avec beaucoup de précautions. Le bon résultat d'une pesée dépend donc de ces deux conditions contraires. Il serait tout à fait illusoire de chercher à obtenir une précision supérieure à 0,05 g. En vue de conserver la meilleure homogénéité possible dans les résultats, toutes les pesées ont été faites par le même opérateur.

La comparaison éventuelle du poids de matière sèche et du poids avant passage à l'étuve permettait de déterminer la teneur en eau de l'échantillon.

Après la pesée, les feuilles de tabac ont été broyées et la poudre obtenue homogénéisée et conservée au réfrigérateur en sachets de matière plastique fermés hermétiquement. Cette poudre a servi de matériel pour les déterminations chimiques envisagées.

Le procédé de stabilisation par dessiccation rapide à 100 °C est assez brutal et ne convient théoriquement pas lorsqu'on s'intéresse à certains constituants tels que les sucres, la nicotine ou

l'ammoniaque. Une critique du procédé de stabilisation sera faite lors de l'exposé des méthodes analytiques. Cependant il convient de signaler dès à présent qu'il serait difficile, d'une part, de réaliser autrement la stabilisation d'échantillons importants de tabacs verts qui peuvent contenir jusqu'à 90 % d'eau, que ce procédé, d'autre part, permet l'application en série des mêmes méthodes de dosage à des produits aussi différents physiquement que des tabacs avant et après séchage.

B) GLUCIDES

Sucres solubles.

Les sucres solubles sont déterminés sur une solution aqueuse par la méthode de Baudouin et Lewin utilisée pour le microdosage des sucres réducteurs (1).

1. *Extraction alcoolique.*

Les sucres sont extraits par l'alcool éthylique à 80 % bouillant.

Introduire une prise d'essai de 0,5 g de tabac en poudre dans un ballon de 500 cc. Ajouter 50 cc d'alcool éthylique à 80 %. Faire bouillir au reflux sur bain-marie pendante trente minutes, en agitant le ballon plusieurs fois pendant cette période. Éviter l'ébullition dans le bain-marie.

Sortir le ballon et filtrer sur papier filtre. Laver le filtre à la pissette avec 50 cc d'alcool à 80 % en faisant repasser le tabac dans le ballon d'extraction.

Répéter deux fois encore l'ébullition au reflux pendant trente minutes et la filtration. Utiliser le même filtre. A la troisième filtration laver avec trois fois 10 cc d'alcool à 80 % ; recueillir les filtrats et les lavages dans le même récipient.

Conserver le marc pour la détermination des matières pectiques.

2. *Distillation de l'alcool et reprise du résidu par l'eau.*

Distiller sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif, l'extrait alcoolique obtenu, jusqu'à consistance de sirop. Veiller à ce que la température du bain-marie servant au chauffage du ballon à distiller ne dépasse pas 50 °C.

Reprendre le résidu par l'eau bouillante en plusieurs fois et

(1) *Traité pratique de chimie végétale*, par Brunel, Ed. Frère, 1948-1949.

recueillir les fractions dans une fiole jaugée de 50 cc. Laisser refroidir et amener au trait de jauge avec de l'eau distillée.

3. *Microméthode de Baudouin et Lewin.*

Le principe de la méthode est le suivant : après défécation au nitrate mercurique, une partie aliquote de la solution neutre obtenue est mise en présence d'une solution iodo-mercurielle en milieu alcalin. Par réduction, il apparaît du mercure métallique qui est ensuite transformé en iodure mercurique par l'addition d'un volume exactement mesuré d'une solution titrée d'iode. L'excès d'iode est déterminé par l'hyposulfite.

a) *Réactifs.* — Réactif nitromercurique ou réactif de Patein. A 105 cc d'acide nitrique pur concentré (40 °Bé), ajouter peu à peu 145 g d'oxyde rouge de mercure. Agiter jusqu'à ce que l'oxyde soit presque entièrement dissous. Ajouter 100 cc d'eau et faire bouillir prudemment : l'oxyde se dissout. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre, amener à 700 ou 800 cc avec de l'eau et ajouter en agitant 35 cc de soude normale. Amener à 1 litre avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

— Solution normale de soude.

— Solution iodo-mercurielle. Préparer la quantité nécessaire au moment de l'emploi :

Iodure mercurique	3,60	g
Iodure de sodium	12	g
Eau distillée q.s.p.	100	cc

— Suspension de sulfate de baryum à 10 % dans l'eau distillée.

— Solution acide d'iodate de potassium N/20. Dissoudre 1,783 g exactement d'iodate de potassium pur et anhydre et amener à 1 litre avec de l'acide sulfurique à 5 % en volume.

— Solution d'hyposulfite de soude N/100 préparée extemporanément à partir d'une solution N/10. Déterminer son titre exact par la solution d'iodate : introduire dans un erlenmeyer de 50 cc, 15 cc d'eau, 1 cc de solution iodo-mercurielle et 2 cc de la solution d'iodate N/20 ; titrer l'iode libéré par la solution d'hyposulfite en ajoutant quelques gouttes d'une solution d'amidon à la fin de la titration.

— Solution d'amidon à 1 %.

— Solution normale d'acide chlorhydrique.

b) *Défécation.* — Introduire dans une fiole jaugée de 50cc une fraction aliquote de la solution aqueuse de sucres (20 cc). Neutraliser et ajouter goutte à goutte, en agitant, 3 cc du réactif de Patein. Laisser au contact quelques minutes, puis ajouter de la même façon 3 cc de soude normale. Amener au volume avec de l'eau distillée. Transvaser dans un tube à centrifuger et centrifuger. Le liquide surnageant A est limpide, pratiquement incolore et neutre.

c) *Dosage proprement dit.* — Pipeter une fraction aliquote (10 cc) de la solution A dans un erlenmeyer de 50 cc et amener à 15 cc avec de l'eau. Ajouter 1 cc de solution iodomercurielle, 1 cc de solution normale de soude, 1 cc de suspension barytique. Mettre au bain-marie bouillant pendant trois minutes exactement et refroidir immédiatement après. Une certaine quantité de mercure métallique est apparue. La suspension de sulfate de baryum intervient pour maintenir la division du mercure.

Ajouter 2 cc de la solution acide d'iodate de potassium N/20. Au contact de l'iodure de sodium de la solution mercurielle, de l'iode est libéré qui réagit quantitativement sur le mercure. Agiter jusqu'à ce que tout le mercure soit bien dissous.

Titrer l'iode en excès par l'hyposulfite N/100 jusqu'à disparition presque totale de la couleur jaune ; ajouter quelques gouttes de la solution d'amidon et continuer la titration jusqu'à disparition de la couleur bleue.

d) *Calculs.* — Les résultats sont exprimés en glucose, 1 cc d'iode N/100 entré en réaction correspond à 0,403 mg de glucose.

Soit : n le nombre de cc d'hyposulfite N/100 ajoutés,

ms la teneur en matière sèche de la prise d'essai,

la teneur en sucres solubles réducteurs de la poudre de tabac (% de M.S.) est donnée par la relation :

$$\frac{(10 - n) \times 0{,}403 \times 50 \times 50}{10 \times 20} \cdot \frac{100}{500} \cdot \frac{100}{ms}$$

e) *Hydrolyse acide faible (Manuel Suisse).* — Pipeter une fraction aliquote (10 cc) de la solution A dans un erlenmeyer de 50 cc et ajouter 1 cc de la solution normale d'acide chlorhydrique. Couvrir avec un tampon de laine de verre et mettre au bain-marie bouillant pendant 30 mn. Laisser refroidir et neutraliser en ajoutant 1 cc de solution normale de soude. Amener à 15 cc avec de l'eau (3 cc) ; continuer le dosage comme précédemment.

Calculer la teneur en sucres solubles totaux (exprimés en glucose). La différence avec la teneur trouvée au paragraphe *d* donne la teneur en sucres solubles réducteurs après hydrolyse acide faible.

4. *Critique de la méthode de stabilisation.*

Le procédé classique de stabilisation en vue du dosage des sucres est le traitement à l'alcool bouillant. Toutefois dans le cas présent, son emploi est rendu pratiquement impossible en raison de l'importance des échantillons, comme le montre l'exemple suivant :

Le poids moyen d'une série de dix échantillons récoltés le 20 août 1959 à maturité normale fut de 2154, 5 g. La stabilisation à l'alcool bouillant aurait nécessité plus de dix litres d'alcool qu'il aurait fallu faire évaporer ensuite sous pression réduite à faible température. Ceci n'est évidemment pas réalisable en série au laboratoire.

Une comparaison entre la stabilisation à l'alcool bouillant et la stabilisation à la chaleur a été réalisée. Pour représenter l'échantillon de façon correcte, j'ai prélevé sur toutes les feuilles qui le constituaient une lanière transversale large de 1 cm, et j'ai choisi pour ce prélèvement la zone comprise entre le tiers et le quart inférieurs de la feuille; à ce niveau en effet, nervure et parenchyme sont à la récolte, à peu près dans les mêmes proportions que pour la feuille entière. Il fut alors fort possible de stabiliser à l'alcool bouillant les échantillons ainsi obtenus. Les deux lanières adjacentes (larges de 1 cm) servirent à la détermination de la matière sèche par dessiccation à 100 °C jusqu'à poids constant. Elles furent ensuite broyées et les sucres y furent également dosés après extraction par l'alcool bouillant.

La comparaison des résultats obtenus sur les lanières médianes et sur les lanières adjacentes séchées à 100 °C, par la même méthode de dosage (microméthode de Baudouin et Lewin), montre que les différences observées sont faibles et peuvent être imputées autant à l'imprécision des prélèvements qu'à une stabilisation incorrecte ; ces différences sont en effet de signes contraires pour les deux tabacs considérés ci-dessous.

— Tabac I stabilisé à l'alcool bouillant : 4,80 %,
à la chaleur : 4,95 %.

— Tabac II stabilisé à l'alcool bouillant : 5,80 %,
à la chaleur : 5,60 %.

Il semble donc que le traitement à la chaleur puisse assurer, dans le cas du dosage des sucres du tabac Paraguay une précision suffisante.

La stabilisation à l'alcool bouillant est possible si on ne traite qu'une partie du matériel, mais cet échantillonnage à l'intérieur des échantillons risque d'amener des erreurs importantes car les éléments dosés ne sont pas répartis uniformément dans la feuille et, en particulier, des différences sensibles de composition peuvent exister entre le parenchyme et la nervure médiane. Il n'est pas sûr, d'une part, que les valeurs trouvées soient égales à celles qui auraient été obtenues sur l'ensemble des feuilles ; d'autre part, il est possible que la lanière « moyenne » ne se situe pas au même endroit pour des feuilles sèches et pour des feuilles vertes. Enfin ce procédé de découpage complique sérieusement les déterminations de la matière séche ; il conduit en réalité à doubler le nombre des échantillons.

Remarques.

Il n'y a pas proportionnalité réelle entre la quantité d'iode entrée en réaction et la quantité de sucre contenue dans la solution. Le coefficient proposé, 0,403 mg de glucose par centimètre cube d'iode, n'est que la moyenne des coefficients réels trouvés pour des quantités d'iode N/100 allant de 0 à 10 cc (tableau VII).

Pour les valeurs extrêmes, ce coefficient est faux d'environ 5-10 %. Cette précision est suffisante dans la plupart des cas.

Cependant, si la solution est très riche en sucre, il est préférable de recommencer le dosage en prélevant un volume moindre d'extrait, plutôt que d'ajouter à nouveau 2 cc d'iodate de potassium N/20 et de continuer la titration par l'hyposulfite.

Amidon.

La méthode de dosage a été décrite par Hassid, Mac Cready et Rosenfels (1940) et appliquée par eux à des végétaux verts. L'amidon, solubilisé par l'alcool chlorhydrique est extrait à l'eau bouillante. Il est ensuite hydrolysé par l'amylase salivaire et dosé à l'état de maltose. Cependant il se peut que l'hydrolyse enzymatique de l'amidon soit incomplète ; pour cette raison, après

TABLEAU VII

Variation du coefficient
dans la méthode Baudouin et Lewin de dosage des sucres réducteurs

Quantités glucose mg	cc iode N/100	Coefficient
0,398	1,03	0,386
0,796	2,08	0,383
1,194	3,11	0,384
1,592	4,08	0,390
1,990	5,00	0,398
2,388	5,97	0,400
2,786	6,95	0,401
3,184	7,73	0,412
3,582	8,36	0,428
3,980	9,17	0,434

défécation, les extraits ont été soumis à l'hydrolyse acide et les sucres formés dosés par la méthode Baudouin et Lewin.

1. *Solubilisation et extraction.*

Introduire une prise d'essai P de tabac en poudre dans un ballon de 500 cc (1,5 à 3 g suivant la richesse présumée en amidon). Ajouter 200 cc d'alcool à 95 % et porter à l'ébullition au reflux pendant vingt minutes. Ajouter au mélange bouillant, par l'extrémité du réfrigérant, 2 cc d'acide chlorhydrique concentré et continuer l'ébullition pendant quinze minutes pour solubiliser l'amidon.

Filtrer le mélange chaud sur Büchner à travers un papier filtre et laver le tabac avec 100 cc d'alcool à 95 % pour éliminer l'acide chlorhydrique.

Transvaser le résidu contenant l'amidon solubilisé dans un bécher de 600 cc avec 100 cc d'eau et faire bouillir pendant cinq minutes pour chasser l'alcool, puis laisser au bain-marie bouillant pendant au moins trente minutes.

Filtrer sur Büchner à travers une toile de nylon et aspirer jusqu'à essorage complet. Laver le marc avec 30 cc d'eau chaude. (Si la prise d'essai contient trop d'amidon, la filtration est excessivement lente, et il est préférable de reprendre le dosage avec une quantité moindre.)

Réintroduire le résidu dans le ballon de 500 cc et répéter le

traitement à l'alcool chlorhydrique (100 cc d'alcool et 1 cc d'acide chlorhydrique). Filtrer sur Büchner et laver avec 50 cc d'alcool à 95.

Transvaser dans le bécher de 600 cc avec 80 cc d'eau. Faire à nouveau bouillir pendant cinq minutes et maintenir au bain-marie bouillant, pendant trente minutes au moins. Filtrer sur Büchner à travers nylon (même toile que pour la première filtration) et laver avec 20 cc d'eau chaude.

Réunir les filtrats dans une fiole jaugée de 250 cc. Laisser refroidir et amener au volume avec de l'eau distillée.

2. *Hydrolyse enzymatique.*

a) *Réactifs.* — Tampon acétate pH 5,6. Tampon de Michaelis comprenant une partie d'acide acétique N/10 (6 g/l) et huit parties d'acétate de sodium N/10 (13,6 g de CH_3CO_2Na, $3H_2O$/l).

— Solution de chlorure de sodium 0,25 N (14,6 g/l).

— Salive diluée avec une quantité égale d'eau et filtrée sur Büchner à travers une couche de talc.

b) *Hydrolyse.* — Introduire 25 cc de la solution aqueuse d'amidon dans une fiole jaugée de 50 cc. Ajouter 2 cc de la solution tampon acétate pH 5,6, 2 cc de chlorure de sodium 0,25 N et 2 cc de salive diluée.

Maintenir au bain-marie à 37-40 °C pendant deux heures.

Laisser refroidir.

Préparer un dosage à blanc avec de la salive inactivée par ébullition.

3. *Hydrolyse acide.*

a) *Défécation.* — Ajouter au résidu de l'hydrolyse enzymatique, goutte à goutte et en agitant constamment, 3 cc du réactif de Patein (utilisé pour la défécation des solutions de sucres solubles), puis 3 cc de solution normale de soude. Amener à 50 cc avec de l'eau distillée. Agiter.

Centrifuger et continuer le dosage sur le liquide surnageant.

b) *Hydrolyse.* — Prélever 20 cc du liquide déféqué et ajouter 30 cc d'acide chlorhydrique à 10 % en volume. Porter à l'ébullition au reflux pendant trente minutes. (Les dosages à blanc ayant reçu la salive inactivée ne sont pas portés à l'ébullition.)

Neutraliser par la lessive de soude concentrée, transvaser dans

une fiole jaugée de 100 cc et amener au volume avec de l'eau distillée.

4. *Dosage proprement dit.*

Prélever 5 cc de l'extrait déféqué et hydrolysé et les introduire dans un erlenmeyer de 50 cc. Amener à 15 cc avec de l'eau et continuer le dosage par la méthode Baudouin et Lewin.

Opérer de la même façon pour les dosages à blanc.

Soit n le nombre de cc d'hyposulfite ajoutés pour l'extrait déféqué et hydrolysé,

n' le nombre de cc d'hyposulfite ajoutés pour le dosage à blanc,

P le poids en mg de la prise d'essai,

ms la teneur en matière sèche de la prise d'essai,

la teneur en amidon (exprimée en glucose) % de MS de la poudre étudiée est donnée par la relation :

$$\frac{(n - n') \times 0{,}403 \times 100 \times 50 \times 250}{5 \times 20 \times 25} \times \frac{100}{P} \times \frac{100}{ms}$$

Il suffit de multiplier par 0,9 pour trouver la teneur réelle en amidon.

Pectines.

Les substances pectiques du tabac sont extraites par une solution de versénate (sel tétrasodique de l'acide éthylène-diamine-tétracétique). Après saponification par la soude et hydrolyse enzymatique par la pectinase, l'acide galacturonique est déterminé par réaction colorée avec le carbazole en milieu sulfurique.

Quelques modifications dans l'extraction ont été apportées à la méthode de Mac Comb et Mac Cready (1952) en vue de l'adapter au dosage des matières pectiques du tabac.

1. *Extraction.*

Opérer sur le résidu de l'extraction alcoolique des sucres. Introduire le marc (correspondant à 0,5 g de tabac en poudre) et le filtre le contenant dans le ballon de 500 cc ayant servi à l'extraction. Ajouter 100 cc d'une solution de versénate à 0,5 %. Agiter et laisser au repos une nuit à la température du laboratoire.

Filtrer sur Büchner à travers une toile de nylon et faire repasser le marc dans le ballon avec 50 cc de la solution de versénate. Agiter et laisser au repos huit heures. Filtrer comme précédemment

et réunir les filtrats. Ramener le marc dans le ballon avec 50 cc de versénate. Agiter et laisser au contact une nuit.

2. *Saponification et hydrolyse enzymatique.*

Réintroduire les filtrats dans le ballon d'extraction en présence du marc. Ajouter 1 cc de lessive de soude 10 N et abandonner le mélange à 25 °C pendant trente minutes. Le pH pendant la saponification doit être voisin de 11,5. Ajuster ensuite le milieu à pH 5-5,5 avec de l'acide acétique concentré et ajouter 0,2 g de pectinase (N.B.C.). Laisser au contact pendant quatre heures en agitant fréquemment.

Transvaser dans une fiole jaugée de 250 cc, amener au volume avec de l'eau distillée, agiter et filtrer. Prélever 5 cc de l'extrait et les amener à 100 cc avec de l'eau.

3. *Dosage proprement dit.*

a) *Réactifs.* — Réactif au carbazole. Dissoudre 0,05 g de carbazole pur dans 100 cc d'alcool éthylique purifié. La dissolution est lente et il est nécessaire d'agiter.

— Acide sulfurique Merck (densité = 1,84).

— Solution d'acide galacturonique à 0,5 %. Dissoudre 250 mg d'acide galacturonique dans 50 cc d'eau. Cette solution sert à la détermination du titre en acide galacturonique des solutions composant la gamme colorée. Opérer sur 40 cc et titrer par la soude N/10 jusqu'à pH 8 ; 1 milliéquivalent = 176 mg d'acide pectique.

— Solution d'acide galacturonique à 0,005 %. Pipeter 2 cc de la solution à 0,5 % et les introduire dans une fiole jaugée de 200 cc. Amener au volume avec une solution A contenant 400 mg de versénate, 4 cc de soude N et 0,5 cc d'acide acétique glacial.

b) *Réaction colorée.* — Introduire dans un erlenmeyer de 50 cc, 12 cc d'acide sulfurique concentré. Boucher et refroidir à 3 °C environ dans un bain de glace.

Ajouter 2 cc de l'extrait dilué. Boucher, agiter et refroidir en-dessous de 5 °C au bain de glace.

Couvrir le récipient débouché à l'aide d'une capsule renversée et porter au bain-marie bouillant pendant dix minutes exactement. Refroidir à 20 °C environ. Ajouter 1 cc de réactif au carbazole, agiter pour que le mélange soit homogène et laisser au repos à la température du laboratoire pendant quatre-vingt-dix minutes.

Déterminer l'intensité de la couleur en utilisant un filtre de longueur d'onde 520 mμ.

4. *Résultats.*

Préparer une gamme colorée en effectuant simultanément la réaction décrite sur des solutions TO, T1, T3 et T4 préparées de la façon suivante :

TO (blanc) 100 cc de solution A + 100 cc d'eau.

T1 25 cc de solution d'acide galacturonique 0,005 % + 75 cc de sol. A + 100 cc d'eau.

T3 75 cc de solution d'acide galacturonique 0,005 % + 25 cc de sol. A + 100 cc d'eau.

T4 100 cc de solution d'acide galacturonique 0,005 % + 100 cc d'eau.

Ces solutions contiennent respectivement 0, 12,5, 37,5 et 50 μg d'acide galacturonique pour 2 cc, ce qui correspond approximativement à 0, 10, 30 et 40 μg d'acide pectique pour 2 cc. Les concentrations en versénate, soude et acide acétique y sont à peu près les mêmes que dans l'extrait dilué servant à la réaction colorée. En tenant compte des dilutions pratiquées sur les extraits de tabac, on trouve que T1, T3 et T4 correspondent respectivement à des teneurs en acide pectique de 5, 15 et 20 %.

Construire la courbe d'étalonnage et s'en servir pour déterminer la teneur du tabac en acide pectique.

Les résultats sont exprimés en acide pectique. Tenir compte du taux d'humidité de la poudre de tabac.

Cellulose.

La cellulose est dosée par la méthode de Kürschner et Hoffer (Brunel, 1949).

La délignification est obtenue par ébullition dans l'alcool nitrique.

Méthode de Kürschner et Hoffer.

a) *Réactifs.* — Alcool éthylique à 95 %.

— Acide nitrique concentré pur pour analyses.

b) *Mode opératoire.* — Introduire dans un tube à centrifuger de 45 cc une prise d'essai de 0,5 g environ (*p*), pesée exactement,

de tabac en poudre. Ajouter 10 cc d'alcool à 95 % et 2,5 cc d'acide nitrique concentré.

Adapter un réfrigérant à air et porter le mélange à l'ébullition à l'abri de la lumière dans un bain-marie. Laisser bouillir une heure.

Retirer l'appareil, centrifuger et décanter la liqueur jaune surnageante sur un entonnoir taré à plaque de verre fritté, porosité G3.

Répéter deux fois encore l'ébullition dans l'alcool nitrique, centrifuger et filtrer de la même manière.

Faire trois lavages à l'eau en utilisant à chaque fois 25 cc d'eau distillée. Centrifuger et décanter sur la plaque de verre fritté.

Ajouter 25 cc d'eau et porter le mélange au bain-marie bouillant pendant trente minutes. Filtrer. Le filtrat ne doit plus être acide, sinon recommencer le lavage à chaud. Faire passer quantitativement le résidu sur le filtre taré, laver encore plusieurs fois à l'eau bouillante.

Faire sécher à l'étuve à 100 °C jusqu'à poids constant. Peser et déterminer le poids du résidu cellulosique.

c) *Calcul.* — Soit :

p le poids de la prise d'essai,

p' le poids du résidu,

ms la teneur en matière sèche de la prise d'essai,

le pourcentage de cellulose est donné par la relation :

$$\frac{p' \times 100}{p} \times \frac{100}{ms}$$

C) CONSTITUANTS AZOTÉS

Azote total.

L'azote total est déterminé par la technique du micro-Kjeldahl (Brunel, 1948). La substance organique est attaquée par l'acide sulfurique concentré et chaud en présence d'un catalyseur. L'azote minéral et organique passe sous forme de sulfate d'ammonium. L'ammoniaque formée est libérée par un excès de lessive de soude, distillée par entraînement à la vapeur et dosée par de l'acide sulfurique titré.

Technique du micro-Kjeldahl.

a) *Réactifs.* — Acide sulfurique concentré pur.

— Catalyseur au sélénium :

1 partie de sulfate de cuivre cristallisé.
1 partie de sulfate de potassium cristallisé.
0,2 partie de sélénium.

— Lessive de soude concentrée.

— Solution d'acide borique à 2 %.

— Solution d'acide sulfurique 0,05 N.

— Réactif de Tashiro. Mélanger à volumes égaux du rouge de méthyle en solution alcoolique à 0,2 % et du bleu de méthylène en solution alcoolique à 0,1 %.

b) *Minéralisation.* — Introduire dans un micro-matras (30 cc) une prise d'essai *p* de poudre de tabac (200 à 250 mg). Ajouter 1 g du catalyseur au sélénium et 5 cc d'acide sulfurique concentré.

Chauffer très doucement pendant les trente premières minutes, puis augmenter peu à peu le chauffage en évitant que les vapeurs qui montent le long du col ne s'échappent du matras.

Poursuivre l'attaque jusqu'à décoloration totale du liquide. Continuer à chauffer quelque temps après la décoloration. Laisser refroidir.

Transvaser dans une fiole jaugée de 50 cc et rincer soigneusement le matras. Il ne doit rester aucune trace de cristaux dans le fond de la fiole d'attaque ; éventuellement il peut être nécessaire de chauffer l'eau de lavage. Laisser refroidir et amener au volume avec de l'eau distillée.

c) *Distillation de l'ammoniaque.* — Utiliser l'appareil de Parnas et Wagner. Introduire dans l'appareil 20 cc exactement de la solution de sulfate d'ammonium obtenue après minéralisation. Ajouter 10 cc de lessive de soude concentrée. Admettre de la vapeur du générateur et commencer la distillation. Recueillir le liquide condensé dans un bécher contenant 10 cc de la solution d'acide borique à 2 %. L'extrémité du réfrigérant doit plonger dans le liquide récepteur. Distiller pendant quatre minutes après que la première goutte ait été recueillie. Abaisser le bécher récepteur pour que le réfrigérant ne plonge plus dans le liquide et poursuivre la distillation pendant une minute pour rincer l'intérieur du tube. En rincer l'extérieur à la pissette et recueillir l'eau de lavage dans le distillat.

d) *Titrage de l'ammoniaque.* — Ajouter deux gouttes du réactif de Tashiro au distillat et titrer directement l'ammoniaque par une solution d'acide sulfurique 0,05 N.

e) *Essai à blanc.* — Faire un essai à blanc pour chaque série de dosages. Introduire dans un micro-matras les mêmes quantités des divers réactifs à l'exception du tabac et lui faire subir les mêmes manipulations que l'essai avec tabac.

f) *Résultats.* — Soit :

p le poids en grammes de la prise d'essai,

n le nombre de cc de SO_4H_2 0,05 N utilisés pour neutraliser l'ammoniaque de la fraction aliquote,

n' la quantité de SO_4H_2 0,05N nécessaire à la neutralisation de l'essai à blanc,

ms la teneur en matière sèche de la prise d'essai,

le pourcentage d'azote total se calcule par la relation suivante :

$$\frac{(n - n') \times 0{,}0007 \times 50 \times 100}{20 \times p} \times \frac{100}{ms}$$

Azote soluble.

Les diverses fractions de l'azote soluble sont déterminées sur un extrait déféqué par l'acide trichloracétique. Cet extrait permet la détermination de l'azote soluble total, de l'azote ammoniacal et de l'azote amidé.

1. *Séparation de l'azote soluble.*

Introduire 3 g de tabac en poudre dans une fiole jaugée de 100 cc. Ajouter 40 cc d'eau et mettre au bain-marie bouillant pendant quarante-cinq minutes, en agitant fréquemment.

Laisser refroidir. Ajouter 25 cc d'une solution aqueuse d'acide trichloracétique à 10 %. Laisser au contact une nuit. Amener au volume avec de l'acide trichloracétique à 2,5 %.

Centrifuger. Filtrer.

2. *Dosage de l'azote soluble total.*

Déterminer l'azote soluble total par la technique du micro-Kjeldahl sur une fraction aliquote de l'extrait trichloracétique (5 cc correspondant à 0,15 g de tabac en poudre). Introduire cette fraction dans un micro-matras de 30 cc.

Ajouter 2 cc d'acide sulfurique concentré et mettre au bain de sable pour évaporer la majeure partie de l'eau. Ajouter ensuite 1 g du catalyseur au sélénium et 3 cc d'acide sulfurique concentré. Continuer le dosage suivant la méthode décrite pour le dosage de l'azote total. Effectuer un essai à blanc sur une solution d'acide trichloracétique à 3 %.

3. *Azote insoluble.*

La teneur en azote insoluble est déterminée à partir des teneurs en azote total et en azote soluble total, par différence.

4. *Dosage de l'azote ammoniacal.*

L'ammoniaque est dosée par la technique de Yovanovitch sur une fraction de l'extrait trichloracétique (20 cc correspondant à 0,6 g de tabac). L'ammoniaque de la solution est déplacée par une base faible, entraînée par la vapeur d'eau sous vide partiel et à faible température (45-50 °C) et recueillie dans une solution titrée d'acide sulfurique.

a) *Matériel.* — Appareil de Yovanovitch servant à la distillation sous vide de l'ammoniaque par entraînement à la vapeur.

b) *Réactifs.* — Solution saturée de carbonate de lithium (environ 10 g par litre).

— Solution d'acide sulfurique N/25.

— Solution de soude N/25.

— Solution aqueuse neutre de formol (10 cc de formol à 30 % pour 100 cc).

— Phénolphtaléine en solution alcoolique à 0,1 %.

c) *Mode opératoire.* — Introduire dans la fiole d'extraction de l'appareil de Yovanovitch 20 cc de l'extrait (correspondant à 0,6 g de tabac) et ajouter trois gouttes de phénolphtaléine. Pipeter dans la fiole réceptrice 10 cc exactement d'acide sulfurique N/25 et trois gouttes de l'indicateur coloré.

Relier les différentes parties de l'appareil. Faire un léger vide et admettre la solution de carbonate de lithium par l'ampoule à décantation du flacon d'extraction. Le liquide doit avoir une réaction franchement alcaline.

Faire le vide et distiller par entraînement à la vapeur d'eau (50 °C) pendant trente minutes après le début des condensations

dans le flacon récepteur. Le débrancher ensuite, en rincer soigneusement la partie supérieure.

d) *Titrage de l'ammoniaque.* — Le tabac contient de la nicotine dont une partie peut être entraînée par la vapeur d'eau en même temps que l'ammoniaque, ce qui risque de fausser les résultats de la titration par la soude.

Cette cause d'erreur peut être éliminée. Pour cela, neutraliser exactement le distillat par la soude N/25, ajouter ensuite 20 cc de la solution neutre de formol. En présence d'un excès de formol, il se forme de l'hexaméthylène-tétramine et l'acide sulfurique du sulfate d'ammonium est mis en liberté.

Titrer alors par la soude N/25 l'acide sulfurique libéré. 1 cc d'acide sulfurique N/25 correspond à 0,00056 g d'azote ammoniacal.

5. *Dosage de l'azote amidé.*

Détermination de l'azote amidé total par la méthode de Sachsse : hydrolyse acide du groupement amidé et dosage de l'ammoniaque formée par la technique de Yovanovitch.

a) *Réactifs.* — Solution d'acide sulfurique à 30 % en poids.

— Autres réactifs comme pour le dosage de l'azote ammoniacal.

b) *Mode opératoire.* — Introduire 20 cc de l'extrait trichloracétique (correspondant à 0,6 g de tabac) dans un ballon de 250 cc. Ajouter 4 cc d'acide sulfurique à 30 % en poids et porter à douce ébullition au reflux pendant deux heures. Refroidir.

Neutraliser presque complètement l'acide par la lessive de soude concentrée, puis distiller l'ammoniaque formée par la technique de Yovanovitch. Recueillir dans 15 cc d'acide sulfurique N/25.

c) *Titration et résultats.* — Effectuer la titration en présence de formol pour éliminer l'influence de la nicotine. 1 cc de SO_4H_2 N/25 correspond à 0,00056 g d'azote. La valeur trouvée est égale à la somme : azote ammoniacal + azote amidé (glutamine + asparagine).

6. *Critique de la méthode de stabilisation.*

La stabilisation à la chaleur est en général considérée comme satisfaisante pour les déterminations de l'azote des végétaux.

Cependant il convient de signaler qu'une partie de l'ammoniaque est volatilisée au cours de la stabilisation. Les chiffres suivants,

obtenus sur tabac sec, mettent en évidence une perte de 20 % après un séjour de vingt-quatre heures à l'étuve à 100 °C.

Avant passage à l'étuve N ammoniacal % MS	0,408 %	0,413 %
	0,418 %	
Après passage à l'étuve N ammoniacal % MS	0,330 %	0,343 %
	0,346 %	
	0,346 %	
	0,351 %	

L'ammoniaque perdue correspond probablement à des composés thermolabiles présents dans le tabac.

Les teneurs trouvées pour l'ammoniaque sont donc entachées d'erreur du fait de la stabilisation à la chaleur. Elles conservent néanmoins une certaine valeur relative et peuvent renseigner sur la variation de ce constituant.

Il faut remarquer en outre que dans le cas étudié ci-dessus, la volatilisation de l'ammoniaque par la chaleur provoque une diminution sensible de la teneur en azote soluble total et même de la teneur en azote total (0,08 % de la matière sèche).

Enfin il est probable qu'une partie de la glutamine est détruite lors du séjour à l'étuve, en particulier lorsqu'il s'agit de tabacs à la récolte et au jaunissement. Le pH du jus de tabac est acide et doit provoquer une certaine hydrolyse du groupement amidé de la glutamine.

Alcaloides totaux.

La méthode employée est celle pratiquée dans les laboratoires d'analyse du S.E.I.T.A.

1. *Dosage pondéral à l'acide silicotungstique.*

Les alcaloïdes sont déplacés de leurs sels par l'eau sodée et salée, et entraînés par la vapeur d'eau. Ils sont recueillis dans une solution d'acide chlorhydrique et précipités par l'acide silicotungstique. Le précipité est ensuite calciné. On pèse l'anhydride silicotungstique qui était combiné aux alcaloïdes.

a) *Matériel.* — L'appareil d'entraînement à la vapeur d'eau comprend un générateur de vapeur, un ballon d'extraction surmonté d'une boule de protection, un réfrigérant à eau.

b) *Réactifs.* — Lessive de soude concentrée (400 g de NaOH par litre).

— Solution d'acide chlorhydrique à 10 % en volume.
— Solutions d'acide chlorhydrique à 1 % et à 0,1 %.
— Solution saturée de chlorure de sodium.
— Solution d'acide silicotungstique à 120 g par litre (SiO_2, $4H_20$-$12Tu0_3$, $22H_20$).

c) *Mode opératoire.* — Introduire dans le ballon d'extraction 4 g de tabac en poudre, 8 à 10 cc environ de lessive de soude complétés à 100 cc avec la solution saturée de chlorure de sodium. Adapter le ballon sur l'appareil.

Distiller par entraînement à la vapeur en chauffant doucement le ballon d'extraction pour recueillir 400 cc en vingt minutes. Faire plonger l'extrémité du réfrigérant dans un bécher de 600 cc jaugé à 440 cc et contenant 40 cc d'acide chlorhydrique à 10 %.

Arrêter la distillation quand le volume dans le bécher atteint le trait de jauge ; vérifier que toute la nicotine a été entraînée en recueillant quelques gouttes de distillat dans un verre de montre et en ajoutant une goutte d'acide chlorhydrique à 10 % et une goutte d'acide silicotungstique. Il ne doit se produire aucun louche, sinon continuer la distillation.

Ajouter l'acide silicotungstique (1 cc pour 1 cg de nicotine) et agiter énergiquement. Laisser reposer une nuit.

Décanter sur un filtre sans cendres, laver le précipité dans le bécher au moins trois fois avec de l'acide chlorhydrique à 0,1 % ; vérifier l'absence complète d'acide silicotungstique dans les eaux de lavage en recevant quelques gouttes de filtrat dans un verre de montre contenant une solution nicotineuse acidifiée par HCl. Faire passer le précipité sur le filtre et rincer le bécher et l'agitateur avec la solution à 0,1 % d'acide chlorhydrique.

Tarer après marquage et calcination des capsules en silice.

Plier les filtres contenant le précipité et les placer dans les capsules. Faire sécher à l'étuve à 100 °C.

Calciner à 900 °C au four à moufle jusqu'à disparition de tous les points noirs. Laisser refroidir au dessiccateur après un temps de passage à l'étuve.

Peser la capsule contenant le précipité qui se trouve à l'état d'anhydride silicotungstique.

d) *Calculs.* — Le poids du précipité est le poids de l'anhydride qui était combiné à la nicotine.

Soit p le poids en grammes du précipité,

ms la teneur en matière sèche de la prise d'essai,

la teneur en alcaloïdes totaux (exprimée en nicotine) est donnée par la relation :

$$\frac{p \times 0{,}1139 \times 100}{4} \times \frac{100}{ms}$$

Le poids moléculaire de l'anhydride silicotungstique est 2844, celui de la nicotine 162. Une molécule d'acide silicotungstique peut fixer deux molécules de nicotine.

Lorsque le tabac est très riche en nicotine, il peut être intéressant d'opérer sur une fraction aliquote du distillat. Utiliser pour les dilutions la solution d'acide chlorhydrique à 1 %.

2. *Critique de la méthode de stabilisation.*

La stabilisation à la chaleur s'accompagne d'une certaine volatilisation de la nicotine. Cette fraction de la nicotine susceptible de distiller sans alcalinisation préalable est quelquefois appelée nicotine libre. Elle correspond en réalité à des sels de nicotine peu stables. Ce phénomène est à rapprocher de celui déjà observé pour l'ammoniaque. Un essai effectué sur un tabac fermenté non stabilisé à la chaleur a montré que la perte pouvait être assez importante :

Teneur avant passage à l'étuve	2,07 %
Teneur après passage à l'étuve	1,86 %

soit une perte de 10 % environ des alcaloïdes.

D) EXTRAIT A L'ÉTHER DE PÉTROLE

La poudre de tabac est épuisée par l'éther de pétrole ; l'extrait est ensuite évaporé à sec et pesé.

a) *Matériel.* — Extracteur BBS type micro, avec nacelle appropriée pour l'extraction à l'éther de pétrole ; cartouche à extraction en carton filtre 19 × 90.

b) *Réactifs.* — Éther de pétrole redistillé à 45 °C.

c) *Mode opératoire.* — Peser 10 g de tabac en poudre et les introduire dans une cartouche à extraction. Couvrir le tabac avec un tampon d'ouate. Placer la cartouche dans l'appareil. Tarer le ballon de l'extracteur, y verser 30 cc d'éther de pétrole et assembler l'appareil. Chauffer le ballon contenant le solvant sur bain-marie.

Lorsque le solvant n'entraîne plus de matière grasse, fermer le robinet du corps réfrigérant pour éliminer la majeure partie du solvant qui se condense dans le réfrigérant inférieur. Placer le ballon dans une étuve à 100 °C pendant trente minutes. Laisser refroidir au dessiccateur et peser.

Exprimer les résultats en extrait sec pour cent du poids de tabac. Tenir compte du taux d'humidité de la poudre.

E) ACIDES ORGANIQUES

Les acides organiques combinés ont été déterminés globalement sur tous les échantillons par la mesure de l'alcalinité des cendres. En outre, des chromatographies sur colonne ont été réalisées en vue de préciser la proportion des acides malique et citrique ainsi que les transformations éventuelles de ces acides.

Le pH du tabac a quelquefois été considéré comme un critère dans les processus de fermentation. Il a été mesuré pour tous les échantillons.

1. *Mesure du pH.*

La détermination est effectuée au pH-mètre à l'aide d'un système électrode de verre.

Peser 10 g de tabac en poudre. Ajouter 100 cc d'eau distillée préalablement débarrassée de son gaz carbonique par ébullition.

Agiter pendant quinze minutes dans un récipient bouché.

Effectuer la mesure en plongeant les électrodes dans la suspension aqueuse de tabac.

2. *Alcalinité des cendres.*

Peser 1 g de tabac en poudre dans une capsule en silice. Chauffer doucement pour éliminer les substances volatiles.

Introduire les capsules dans un four à moufle préalablement amené à 550 °C (rouge naissant). Laisser calciner pendant deux heures. Il ne doit plus rester de points noirs, sinon poursuivre la calcination pendant quelque temps.

Ajouter dans chaque capsule 40 cc d'acide chlorhydrique N/10 et mettre à l'étuve à 100 °C pendant une heure. Agiter deux ou trois fois pendant cette période. Laisser refroidir.

Titrer en retour par une solution de soude N/10 en présence d'hélianthine ou de l'indicateur suivant : deux parties de vert de bromocrésol et cinq parties de rouge de méthyle en solutions alcooliques à 0,2 %.

Exprimer les résultats en milliéquivalents pour 100 g de tabac sec.

3. *Chromatographie sur colonne des acides organiques.*

Les chromatographies sont réalisées suivant la technique utilisée par Chouteau (1960-1961).

Introduire dans un bécher 1 g de tabac en poudre et 1-2 g de résine Dowex 50 X 4 (200-400 mesh) forme hydrogène. Ajouter 50 cc d'eau. Agiter mécaniquement le mélange pendant quatre heures. La résine est destinée à fixer les ions métalliques susceptibles d'insolubiliser les acides organiques. Transvaser dans un tube à centrifuger, centrifuger et décanter sur Büchner à travers un papier filtre.

Faire trois lavages en utilisant à chaque fois 20 cc d'eau. Centrifuger et décanter sur Büchner après chaque lavage. Réunir les filtrats.

Faire passer l'extrait sur une colonne d'Amberlite 120 forme hydrogène pour éliminer les acides aminés éventuellement présents dans la solution. Laver la résine à l'eau.

Fixer les acides organiques sur une colonne de Dowex 1 X 10 (200-400 mesh) sous forme formiate.

Éluer ensuite par l'acide formique 6N (méthode des gradients d'acidité) et recueillir les fractions. Les évaporer à sec sous vide à 40 °C.

Titrer l'acidité du résidu des éluats par la soude N/200.

Identifier les acides correspondant aux divers pics d'acidité par chromatographie ascendante sur papier Whatman I. Le solvant utilisé est un mélange *n*-butanol-acide formique-eau (30-6-45). Les taches sont révélées par le vert de bromocrésol après élimination de l'acide formique imprégnant le papier.

Remarques. Le procédé de stabilisation à la chaleur ne permet pas la mise en évidence de tous les acides organiques présents dans le tabac ; seuls sont étudiés les acides thermostables, citrique et malique en particulier, qui représentent une très importante part des acides totaux.

L'acide oxalique n'est pas élué par l'acide formique.

CHAPITRE III

ÉVOLUTION DE L'ASPECT DES FEUILLES ET DE LA MATIÈRE SÈCHE

A) ÉVOLUTION AU COURS DE LA DESSICCATION

Généralités. — 1. *Couleur.*

Durant leur séjour au séchoir, les feuilles de tabac passent par les stades de jaunissement et de brunissement. Ceux-ci sont généralement assez difficiles à déterminer car la couleur verte peut subsister très longtemps en certains points du parenchyme, principalement dans la zone entourant la base de la nervure médiane. D'autre part la couleur brune, ou plus exactement la couleur définitive peut se développer très rapidement. Il n'est pas rare de trouver des feuilles en cours d'évolution avec une simple bande jaune séparant des plages importantes de vert et de brun distribuées respectivement à la base et à la pointe des feuilles.

En général, dans le Paraguay, les trois teintes sont présentes simultanément sur le parenchyme pendant un temps plus ou moins long. Il est même rare de trouver des tabacs uniformément jaunes lors du stade théorique du jaunissement.

Dans le cas des feuilles hautes, on observe souvent un virage au brun sans passer par la couleur jaune. Ces feuilles sont habituellement récoltées vers le milieu du mois de septembre et il est possible que les conditions d'ambiance (température principalement) existant à cette époque à l'intérieur des séchoirs empêchent un déroulement normal des processus enzymatiques qui se produisent au cours d'un séchage correct.

Chez les feuilles basses, récoltées les premières et généralement mises à la pente par temps chaud dans des locaux insuffisamment

garnis, il est fréquent de constater que l'évolution est trop rapide et, après séchage, ces tabacs présentent souvent un aspect bigarré, avec quelquefois des plages fixées en jaune ou même en vert.

2. *Poids des feuilles.*

Au cours de la dessiccation les tabacs perdent du poids. Ceci résulte surtout de l'élimination d'une importante quantité d'eau, mais aussi d'une certaine diminution de la matière présente dans les feuilles au moment de la récolte.

La perte de poids varie de 80 à 90 % du poids initial. Les feuilles basses perdent habituellement plus que celles des étages supérieurs : 85 à 90 %. La perte pour les médianes est voisine de 85 %, celle des feuilles hautes est généralement inférieure à ce chiffre.

La perte de poids est très rapide au début du traitement, beaucoup plus lente par la suite.

3. *Teneur en eau.*

A la récolte la teneur en eau du tabac est relativement élevée. Les feuilles basses en contiennent souvent plus de 85 % du poids total et il n'est pas rare d'y rencontrer des teneurs de l'ordre de 90 %. Les feuilles hautes contiennent un peu moins d'eau, 82-85 % ; les feuilles médianes sont intermédiaires.

Le tabac sec contient environ 22-24 % d'eau. Dans cet état, il est en général bon à être dépendu.

On peut calculer la quantité minima d'eau à éliminer au cours de la dessiccation en tenant compte des teneurs relatives à la récolte et à la dépente ; pour 100 kg de tabac vert (85 %) entré au séchoir, on obtient environ 15 kg de tabac sec à 20 % d'eau, ce qui correspond à une perte d'eau de 82 kg environ, soit plus de 96 % de la quantité d'eau initiale. On conçoit dès lors l'importance du rôle de volant joué par la masse de tabac dans la régulation de l'humidité relative de l'air, l'intérêt d'avoir des séchoirs suffisamment garnis pendant les périodes sèches et chaudes, la difficulté d'assainir l'atmosphère par temps froid et humide.

La quantité d'eau éliminée est particulièrement importante au début du séchage bien que cela ne soit pas évident d'après l'examen des taux d'humidité en pour cent du poids total. L'énergie fournie par la respiration des feuilles durant la phase de jaunissement permet l'évaporation facile de cette eau.

4. *Matière sèche.*

C'est l'eau qui représente la majeure partie du poids des feuilles à l'entrée au séchoir ; à la dépente c'est la matière sèche qui est prédominante.

La matière sèche varie au cours de la dessiccation. Elle diminue rapidement au début du jaunissement et la perte devient très faible après le brunissement, pendant la phase de réduction des nervures.

La perte de matière sèche (en % de la matière sèche initiale) est variable. Elle dépend de nombreux facteurs tels que la fumure, la maturité, le mode de séchage (en tiges ou en feuilles) ; pour les tabacs séchés en feuilles, elle est généralement plus forte pour les feuilles basses, qui perdent de l'ordre de 25 % de la matière sèche initiale, que pour les médianes (20 %) et les têtes (15 %).

INFLUENCE DE LA DATE DE RÉCOLTE SUR L'ÉVOLUTION AU SÉCHOIR

1. Influence sur l'évolution de la couleur.

L'ensemble des observations faites au séchoir montre que l'évolution est d'autant plus rapide que les récoltes sont plus tardives. Ceci se vérifie pour tous les étages foliaires habituellement considérés (tableau VIII).

2. Influence sur le rendement en poids.

L'influence globale de la date de récolte sur le rendement en poids est la résultante de deux phénomènes :

— la variation du poids à la récolte,
— la variation de la perte de matière au séchoir, en fonction du degré de maturité.

Variation du poids à la récolte. — On constate, pour tous les étages foliaires, que les poids à la récolte sont plus forts lorsque la récolte est plus tardive. Ceci se vérifie même pour les feuilles basses ; il ne semble pas que des tabacs récoltés à surmaturité, dans des limites raisonnables, perdent normalement du poids sur le terrain.

L'augmentation du poids de matière sèche à la récolte résultant

TABLEAU VIII

Influence de la date de récolte sur la rapidité d'évolution au séchoir

Parcelle S1						Parcelle S2					
	Date de récolte	Durée jaunissement	Durée brunissement	Durée jaunissement + brunissement	Durée du séchage		Date de récolte	Durée jaunissement	Durée brunissement	Durée jaunissement + brunissement	Durée du séchage
		j	j	j	j			j	j	j	j
S1B0	25/7	12	13	25	57	—	—	—	—	—	—
S1B1	3/8	10	11	21	54	S2B1	10/8	14	7	21	70
S1B2	12/8	10	7	17	46	S2B2	20/8	11	7	18	60
S1B3	25/8	10	6	16	45	S2B3	31/8	8	8	16	41
S1B4	29/8	9	5	14	45	S2B4	5/9	7	4	11	36
S1B5	8/9	5	9	14	36	S2B5 (a)	23/9	6	7	13	46
S1M1	13/8	10	11	21	69	S2M1	22/8	13	8	21	58
S1M2	26/8	9	8	17	52	S2M2	1/9	12	11	23	62
S1M3	10/9	8	12	20	44	S2M3	22/9	8	8	16	47
S1H1	27/8	12	4	16	56	S2H1	2/9	12	9	21	55
S1H2	8/9	10	6	16	43	S2H2	22/9	7	9	16	49
S1H3 (a)	23/9	6	7	13	44	S2H3	1/10	8	8	16	47

(a) S2B5 et S1H3 : évolution ralentie en relation probablement avec les conditions d'humidité dans le séchoir.

d'un séjour prolongé sur le terrain n'est pourtant pas uniforme. Elle est influencée par le climat (température et précipitations).

En 1960, le poids des feuilles basses susceptibles d'être récoltées s'accrut très lentement jusqu'au 31 juillet. Au début d'août se produisirent des pluies qui provoquèrent un reverdissement des tabacs dont le poids augmenta sensiblement. La température moyenne du 20 au 25 août fut de 22 °C environ ; cette chaleur anormalement forte dans le contexte climatique du mois provoqua un ralentissement dans la croissance, laquelle repartit ensuite à la faveur de nouvelles pluies.

Dans les tabacs de la parcelle S2, on constata même entre les récoltes S2B2 et S2B3, faites respectivement les 20 et 31 août, une diminution de la matière sèche. Il est possible qu'on soit là en présence d'une erreur d'échantillonnage, mais il faut envisager également le cas d'une diminution ou d'une redistribution dans la plante de la matière sèche des feuilles basses en relation probablement avec un phénomène extérieur, la température de l'air par exemple ; ces deux récoltes encadrent exactement la période de température moyenne maxima (graphique IV).

Le tableau IX donne pour les feuilles basses la variation du poids de matière sèche due à un séjour prolongé sur le terrain. Les poids des récoltes S1B5 et S2B5 étant pris égaux à 100 pour chacune des deux parcelles d'essai, on peut exprimer relativement les poids de chaque récolte.

Les valeurs relatives figurant au tableau IX sont représentées au graphique IV et il est possible de tracer la courbe de variation

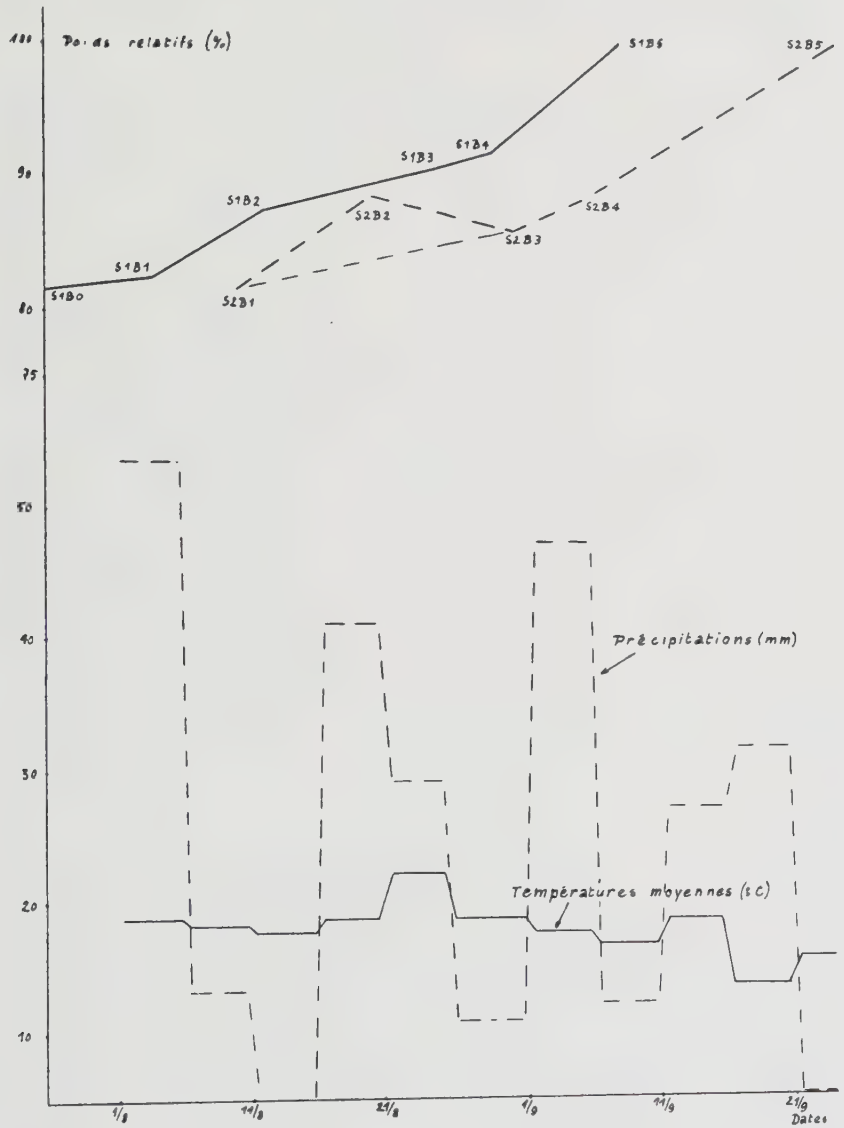
TABLEAU IX

Influence de la date de cueillette sur le poids à la récolte
Feuilles basses

Récoltes	Mat. sèche 300 feuilles en grammes	Poids relatifs	Récoltes	Mat. sèche 300 feuilles en grammes	Poids relatifs
S1B0	1 840	81,5			
S1B1	1 864	82,5	S2B1	1 696	81,5
S1B2	1 981	87,5	S2B2	1 846	88,5
S1B3	2 045	90,5	S2B3	1 794	86,0
S1B4	2 075	91,5	S2B4	1 833	88,0
S1B5	2 262	100,0	S2B5	2 084	100,0

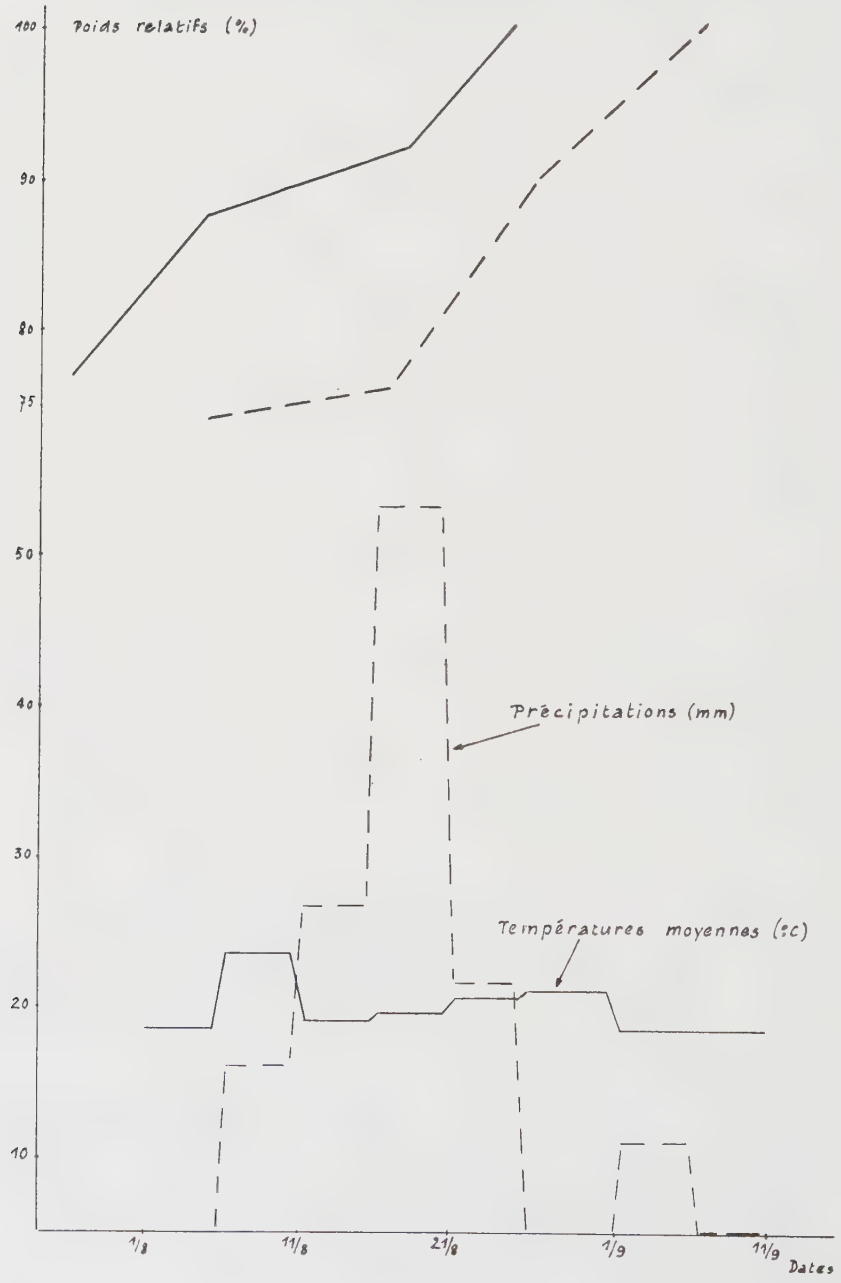
GRAPHIQUE IV

Variation du poids de matière sèche sur le terrain
Feuilles basses 1960



GRAPHIQUE V

Variation du poids de matière sèche sur le terrain
Feuilles basses 1959



de poids sur le terrain en tenant compte des dates des diverses cueillettes (tableau II). Le graphique IV donne également la variation de la température moyenne par périodes de cinq ou six jours ainsi que la hauteur des précipitations pour ces mêmes périodes.

Il convient de remarquer l'analogie des courbes obtenues pour les parcelles S1 et S2. Les tronçons de courbes S1B1-S1B2 et S2B1-S2B2 présentent une pente positive comparable qui semble traduire l'influence des pluies du début du mois d'août. Les portions S2B1-S2B3 et S1B2-S1B4 qui se correspondent à peu près exactement au point de vue chronologique sont sensiblement parallèles. Il ne paraît donc pas impossible qu'une récolte effectuée en S1 aux environs du 20 août eût pu donner un poids de matière sèche supérieur à celui constaté pour S1B3. Il semble qu'une période de chaleur puisse provoquer une diminution de la substance des feuilles basses.

Ce phénomène n'a pas été constaté en 1959 ; pourtant si on trace les courbes de variation de poids sur le terrain pour les feuilles basses des deux parcelles étudiées cette année-là (graphique V), on constate cette fois encore une certaine analogie entre les courbes et en particulier un accroissement assez lent du 5 au 17-18 août, qui pourrait être la conséquence de la période de chaleur du 5 au 10 août, au début de laquelle une diminution de poids aurait pu se produire bien qu'elle n'ait pas été constatée.

Le tableau X montre l'augmentation du poids de matière sèche à la récolte provoquée chez les feuilles médianes et hautes par les

TABLEAU X

Influence de la date de cueillette sur le poids à la récolte
Feuilles médianes et hautes

Récoltes	Mat. sèche 400 feuilles en grammes	Poids relatifs	Récoltes	Mat. sèche 300 feuilles en grammes	Poids relatifs
S1M1	2 765	80,5	S1H1	2 028	75,0
S1M2	2 958	86,0	S1H2	2 454	90,5
S1M3	3 438	100,0	S1H3	2 717	100,0
S2M1	2 938	79,0	S2H1	2 407	91,5
S2M2	3 054	82,5	S2H2	2 567	97,5
S2M3	3 706	100,0	S2H3	2 636	100,0

cueillettes tardives. Il faut remarquer l'accroissement relativement lent des feuilles hautes de S2 où une période d'un mois (du 2 septembre au 1er octobre), en fin de végétation, n'a provoqué qu'un gain de poids de 8,5 %.

Influence sur la variation de la matière sèche au séchoir. — J'ai fait figurer au tableau XI pour les différents tabacs comparés, les poids de matière sèche à la récolte pour trois cents feuilles (basses ou hautes) ou quatre cents feuilles (médianes), les poids de matière sèche à la dépente et la perte de matière sèche au cours de la dessiccation en pour cent de la matière sèche initiale.

TABLEAU XI

Influence de la date de cueillette sur la perte de matière sèche au cours du séchage

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Matière sèche (grammes) (*a*)		Perte en % de la MS initiale		Matière sèche (grammes) (*a*)		Perte en % de la MS initiale
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
S1B0	1 840	1 305	29,1	—	—	—	—
S1B1	1 864	1 315	29,5	S2B1	1 696	1 268	25,2
S1B2	1 981	1 474	25,6	S2B2	1 846	1 381	25,2
S1B3(*b*)	2 045	1 680	17,8	S2B3	1 794	1 375	23,4
S1B4	2 075	1 601	22,8	S2B4	1 833	1 409	23,1
S1B5	2 262	1 783	21,2	S2B5 (*c*)	2 084	1 570	24,7
S1M1	2 765	2 045	26,0	S2M1	2 938	2 144	27,0
S1M2	2 958	2 364	20,1	S2M2	3 054	2 251	26,3
S1M3	3 438	2 765	19,6	S2M3 (*c*)	3 706	2 689	27,5
S1H1(*b*)	2 028	1 722	15,1	S2H1	2 407	1 708	29,0
S1H2	2 454	2 139	12,8	S2H2	2 567	2 109	17,8
S1H3	2 717	2 384	12,3	S2H3	2 636	2 199	16,6

(*a*) Les poids correspondent à trois cents feuilles basses et hautes ou à quatre cents feuilles médianes.

(*b*) S1B3 et S1H1 : séchage trop rapide ; début de chargement d'un grand local ; entretien de feux à proximité.

(c) S2B5 et S2M3 : perte prolongée probablement en raison des conditions d'humidité au séchoir.

L'examen de ce tableau montre que pour un étage foliaire déterminé la perte de matière sèche au séchoir est plus faible lorsque la récolte est plus tardive.

Sur des tabacs suisses soumis au séchage artificiel ÉBERLÉ (1950) a observé le même phénomène.

Les différences constatées entre les diverses cueillettes de feuilles basses et de feuilles médianes sont sensiblement plus faibles pour les tabacs de la parcelle S2 que pour ceux de la parcelle S1. Les observations faites au cours des années précédentes laissent supposer que la perte de matière sèche pendant le séchage, pour les tabacs issus de plantations tardives, ce qui est le cas pour S2, serait moins intensément influencée par les conditions de cueillette qu'elle ne l'est pour les produits des plantations plus précoces.

Influence sur le rendement en poids. — L'examen des poids de matière sèche à la dépente (tableau XI) montre que pour tous les étages foliaires et dans les conditions où se sont effectués les essais, le rendement est plus grand lorsque la récolte est plus tardive.

TABLEAU XII

Influence de la date de cueillette sur le rendement en matière sèche à la fin du séchage

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Rendement relatif (%)		Rendement relatif (%)		Rendement relatif (%)		Rendement relatif (%)
S1B0	88,5	S1M1	86,5	S2B1	91,8	S2M1	95,4
S1B1	89,2	S1M2	100,0	S2B2 (*b*)	100,0	S2M2	100,0
S1B2	100,0	S1M3	117,0	S2B3	99,6	S2M3	119,6
S1B3(*a*)	114,0			S2B4	102,0		
S1B4	108,7	S1H1	80,6	S2B5	113,8	S2H1	81,0
S1B5	121,0	S1H2	100,0			S2H2	100,0
		S1H3	111,7			S2H3	104,3

(*a*) S1B3 : séchage trop rapide.

(*b*) Les basses de S2 sont rapportées au terme S2B2 qui présente à la récolte un poids de matière sèche plus élevée que S2B3 et S2B4 (tableau X, graphique IV). Ceci explique la légère diminution relative constatée en S2B3 et confirme l'hypothèse d'augmentation de rendement par perte de matière sèche moins importante au séchoir.

Cette augmentation du poids à la dépente résulte d'abord d'un accroissement du poids des feuilles sur le terrain, mais aussi d'une perte moins grande de matière sèche au cours de la dessiccation.

Le tableau XII montre l'importance des variations du rendement en fonction des époques de cueillette pour les feuilles basses, médianes et hautes, par rapport aux rendements des tabacs récoltés à époque normale (B2, M2, H2). Le tableau XIII correspond aux mêmes variables pour l'année de culture 1959.

TABLEAU XIII

Influence de la date de cueillette sur le rendement en matière sèche à la fin du séchage
Campagne 1959

Plantation	Feuilles basses	Poids MS (%)	Feuilles médianes	Poids MS (%)	Feuilles hautes	Poids MS (%)
Plantation précoce	avant maturité	85,9	avant maturité	75,6	avant maturité	67,2
	à maturité	100,0	à maturité	100,0	—	90,2
	après maturité	108,0	après maturité	110,7	à maturité	100,0
	—	122,0	—	122,9	après maturité	113,0
Plantation tardive	avant maturité	91,8	avant maturité	78,3	avant maturité	79,4
	à maturité	100,0	à maturité	100,0	—	95,1
	après maturité	119,4	après maturité	110,0	à maturité	100,0
	—	135,3	—	120,4	après maturité	112,7

3. Influence sur la qualité et la valeur.

Les tabacs secs furent triés et soumis à l'expertise. Une cote de 0 à 100 fut alors attribuée aux diverses qualités représentées dans chaque lot. Des moyennes pondérales furent ensuite calculées (tableau XIV).

L'interprétation des résultats relatifs à la qualité des tabacs est difficile en raison de la multiplicité des facteurs qui peuvent intervenir et dont l'action est ici beaucoup plus sensible que sur le rendement en poids. Parmi ces facteurs figurent notamment les caractéristiques propres au local, ses possibilités d'aération et son degré de remplissage, ainsi que les circonstances météorologiques qui, à certaines périodes, ont conduit à assainir l'atmosphère

ambiante au moyen de feux ne permettant pas d'assurer un traitement uniforme de tous les lots. Certains ont séché trop rapidement, d'autres ont subi quelques avaries par fermentation à la pente.

TABLEAU XIV

Influence de la date de cueillette sur la qualité des différentes récoltes

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Cote qualité		Cote qualité		Cote qualité		Cote qualité
S1B0	57,4	S1M1	51,2			S2M1	59,6
S1B1(*a*)	52,1	S1M2	56,7	S2B1	68,7	S2M2	55,9
S1B2	55,7	S1M3	38,1	S2B2	64,5	S2M3	69,5
S1B3(*b*)	52,3	S1H1 (*a*)	35,3	S2B3 (*b*)	45,1	S2H1	55,2
S1B4(*b*)	30,9	S1H2	29,3	S2B4 (*b*)	50,7	S2H2 (*b*)	35,0
S1B5	48,9	S1H3	20,9	S2B5	57,6	S2H3	41,9

(*a*) S1B1 et S1H1 : lots ayant séché trop rapidement.
(*b*) S1B3, S1B4, S2B3, S2B4, S2H2 : fermentation à la pente à des degrés divers.

La valeur d'une récolte ne dépend pas seulement de la qualité mais aussi du rendement en poids. Il est possible, en tenant compte de ces deux éléments, de calculer un rendement en valeur (tableaux XI et XIV récapitulés en XV). Le tableau XV donne pour les lots de feuilles basses ayant séché normalement les points obtenus pour cent pieds en multipliant les poids à la dépente par la cote qualité.

TABLEAU XV

Influence de la date de cueillette sur le rendement en valeur de différentes récoltes de feuilles basses (Rendement en poids x *Cote qualité)*

	Valeur		Valeur
S1B0	75 000	S2B1	87 000
S1B2	82 000	S2B2	89 000
S1B5	87 000	S2B5	90 500

Il semble que pour les feuilles basses, l'augmentation des rendements en poids tende à compenser la diminution de la qualité. Dans le cas des feuilles médianes ou hautes, la comparaison de lots trop peu nombreux et parfois aberrants ne permet pas de tirer de conclusions sur ce point.

INFLUENCE DU MODE DE SÉCHAGE EN FEUILLES OU PAR PLANTES ENTIÈRES

Par rapport au séchage en tiges, le séchage en feuilles conduit à une augmentation du rendement en poids et de la qualité.

Une étude effectuée en 1957 a permis de préciser certains points. Une partie du matériel d'étude fut récoltée en feuilles à maturité technique et des lots FB, FM et FH (basses, médianes et hautes) furent alors constitués qui subirent la dessiccation en guirlandes de feuilles. Un lot T′ fut récolté en tiges et séché en feuilles, tandis qu'un dernier lot T subissait le traitement complet en tiges. Le lot T′ fut récolté en même temps que T et effeuillé avant la mise à la pente ; comparé à F, il devait renseigner sur l'influence du mode et de la date de récolte, comparé à T, il permettait de préciser l'influence du mode de séchage pour des tabacs récoltés de façon identique.

L'évolution des feuilles basses séchées sur la tige fut plus rapide que celle des feuilles basses récoltées simultanément mais mises à la pente sous forme de guirlandes de feuilles. Pour les feuilles médianes et hautes, c'est l'inverse qu'on observait.

Les échanges de substance qui se produisent entre la tige et les feuilles sont peut-être responsables de ce phénomène. Des migrations des feuilles basses vers la tige et de la tige vers les feuilles médianes et hautes ont été mises en évidence. Il est probable, d'autre part, que la tige cède une partie de sa matière sèche aux feuilles des étages supérieurs. Néanmoins l'intensité des phénomènes de dégradation qui se produisent lorsque la feuille sèche sur le pied est telle que les migrations constatées ne compensent que partiellement les pertes : la diminution de la matière sèche est toujours plus importante pour les tabacs séchés en tiges que pour ceux séchés en feuilles (tableau XVI). Il est curieux de constater que la perte résultante est à peu près la même pour les divers éta-

TABLEAU XVI

Comparaison entre la dessiccation en feuilles ou par plantes entières (Campagne 1957)

		Poids en grammes pour 100 feuilles		Qualité		Valeur (poids × cote) pour 100 feuilles	
		par étage foliaire	moyenne	par étage foliaire	moyenne	par étage foliaire	moyenne
Parcelle I	FB	498		52,1		3 192	
	FM	722	706	69,0	59,7	6 571	5 490
	FH	894		53,7		6 344	
	T'B	574		63,5		4 410	
	T'M	711	691	66,2	65,0	6 217	5 940
	T'H	781		64,6		7 102	
	TB	493		47,3		2 763	
	TM	661	631	58,2	56,1	4 765	4 455
	TH	728		59,2		5 734	
Parcelle II	FB	457		59,2		3 568	
	FM	695	662	77,5	68,0	7 109	5 880
	FH	822		62,0		6 553	
	T'B	484		69,3		4 373	
	T'M	635	577	83,5	77,9	7 385	6 100
	T'H	594		76,2		6 126	
	TB	474		56,2		3 438	
	TM	562	525	65,7	59,1	5 102	4 110
	TH	525		51,5		3 463	

ges foliaires : il semble que la tige puisse jouer, en plus de son rôle de réserve d'humidité, un rôle de volant dans la dégradation de la substance des feuilles.

Au point de vue qualité, le séchage par plantes entières amène toujours, pour tous les étages foliaires, une diminution de la qualité par rapport aux lots récoltés en tiges, mais séchés en feuilles. Par rapport au traitement classique en feuilles par récoltes successives, il y a généralement diminution de la qualité, sauf quelquefois pour les feuilles hautes qui sont après séchage en tiges moins grossières que celles traitées en feuilles après un séjour prolongé sur le terrain. Les cotes qualité figurent au tableau XVI ainsi que

TABLEAU XVII

Comparaison entre le séchage en feuilles et le séchage en tiges (Campagne 1957) — Récapitulation

		Parcelle I			Parcelle II		
		Influence du mode de récolte	Influence du mode de séchage	Influence globale	Influence du mode de récolte	Influence du mode de séchage	Influence globale
Influence sur le rendement	F	100,0		100,0	100,0		100,0
	T′	97,8	100,0		87,3	100,0	
	T		91,3	89,3		90,8	79,3
Influence sur la qualité	F	100,0		100,0	100,0		100,0
	T′	108,9	100,0		114,6	100,0	
	T		86,3	94,0		75,9	86,9
Influence sur la valeur	F	100,0		100,0	100,0		100,0
	T′	108,2	100,0		103,7	100,0	
	T		75,0	81,1		67,4	69,9

les rendements en valeur des différents termes étudiés. (Ces valeurs sont plus représentatives que celles obtenues en 1960 car tous les tabacs avaient été traités dans le même séchoir).

Le tableau XVII récapitule tous les éléments de comparaison entre le séchage en feuilles et le séchage en tiges et permet de distinguer les influences séparées du mode de récolte ou du mode de séchage, grâce à la présence du terme T′ (récolte simultanée de tous les étages foliaires à la date de récolte en tiges). En ce qui concerne la qualité, ce lot s'est révélé le plus intéressant. Malgré une certaine diminution du rendement en poids, ce traitement permet une augmentation de la valeur de la récolte. Pourtant il ne peut être réalisé facilement à des fins pratiques, car son application nécessiterait la concentration de toute la main-d'œuvre relative à la récolte, à l'effeuillaison et au séchage des tabacs à la date habituelle de récolte en tiges. Toutefois ce lot expérimental permet de supposer que des résultats intéressants peuvent être obtenus en modifiant un peu les conditions actuelles de récolte des feuilles. Il reste acquis qu'au point de vue rendement en poids ou rendement en valeur, le meilleur procédé de mise à la pente est celui qui traite les feuilles séparées de la tige.

TABLEAU XVIII

Récolte simultanée des trois étages foliaires
(*Campagne* 1960)

	Poids de matière sèche à la récolte (grammes)	Poids de matière sèche à la dépente (grammes)	Perte de matière sèche % mat. s. init.		Poids de matière sèche à la récolte (grammes)	Poids de matière sèche à la dépente (grammes)	Perte de matière sèche % mat. s. init.
S1B4	2 075	1 601	22,8	S1B2	1 981	1 474	25,6
S1MT	3 013	2 340	22,3	S1M2	2 958	2 364	20,1
S1HT	2 090	1 705	18,4	S1H2	2 454	2 139	12,8
S2B4	1 833	1 409	23,1	S2B2	1 846	1 381	25,2
S2MT	3 199	2 302	28,0	S2M2	3 054	2 251	26,3
S2HT	2 503	1 841	26,5	S2H2	2 567	2 109	17,8

En 1960, sur les deux parcelles S1 et S2, une récolte simultanée de tous les étages foliaires a été faite (tableau II). Six lots ont ainsi été constitués S1B4, S1MT, S1HT et S2B4, S2MT, S2HT ; les données relatives aux variations du poids de matière sèche de ces tabacs figurent au tableau XVIII, où elles sont comparées aux renseignements correspondants obtenus pour les récoltes faites aux époques habituelles de cueillette en feuilles, B2, M2 et H2 (tableau XI).

OBSERVATIONS SUR L'ÉVOLUTION AU COURS DE LA DESSICCATION

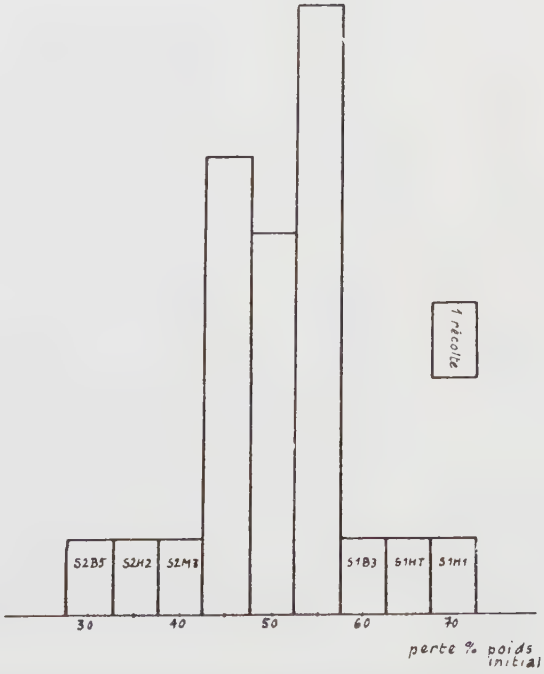
1. Variation du poids.

Il est possible pour un tabac déterminé de tracer la courbe représentant la variation du poids au séchoir en fonction du temps. Toutes les courbes ne sont pas superposables, cependant il semble qu'au jaunissement et au brunissement, la perte relative de poids présente une certaine constance, quel que soit l'étage foliaire considéré. Les graphiques VI et VII figurent la distribution des diverses récoltes dans des classes ayant une amplitude de 5 % du poids initial.

Alors que la distribution au brunissement semble parfaite, on

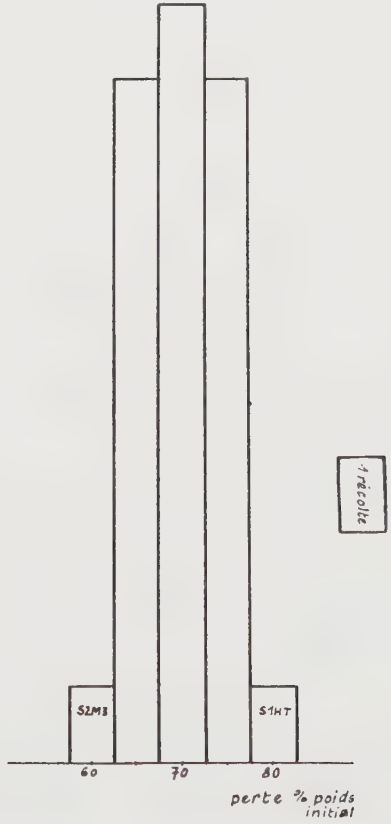
GRAPHIQUE VI

Distribution des récoltes
en fonction de la perte de poids au jaunissement



GRAPHIQUE VII

Distribution des récoltes
en fonction de la perte de poids au brunissement



peut remarquer qu'au jaunissement un certain nombre de récoltes tendent à s'écarter de la moyenne. Il est intéressant d'observer que les six récoltes mentionnées au graphique VI ont été signalées au cours de l'exposé précédent, comme ayant été soumises à des conditions plus ou moins aberrantes.

Trois d'entre elles, pour lesquelles le séchage a été reconnu trop rapide, accusent au jaunissement une perte de poids particulièrement importante. Elles ont été récoltées à la même époque (25, 29 et 27 août) et ont donc vraisemblablement séché dans les mêmes conditions. Les trois autres S2B5, S2M3 et S2H2 récoltées presque simultanément (23, 22 et 22 septembre) et placées dans des conditions voisines, mais différentes des précédentes, ont subi une perte moins importante.

De ces observations il semble que les pertes de poids normales au jaunissement et au brunissement sont respectivement de 45-55 % et 65-75 % du poids initial.

2. Variation de l'eau des feuilles.

C'est l'élimination de l'eau contenue dans les feuilles qui est en grande partie responsable de la perte de poids. Les courbes donnant la variation de la quantité d'eau en fonction du temps sont très voisines de celles traduisant la variation du poids.

Il semble, ici encore, que la perte d'eau en pour cent de la quantité initiale présente au jaunissement et au brunissement, une certaine constance. Les graphiques VIII et IX figurent la répartition des différentes récoltes dans des classes ayant une amplitude de 5 % de la quantité d'eau initiale. Les termes aberrants sont les mêmes que ceux déjà mentionnés au graphique VI.

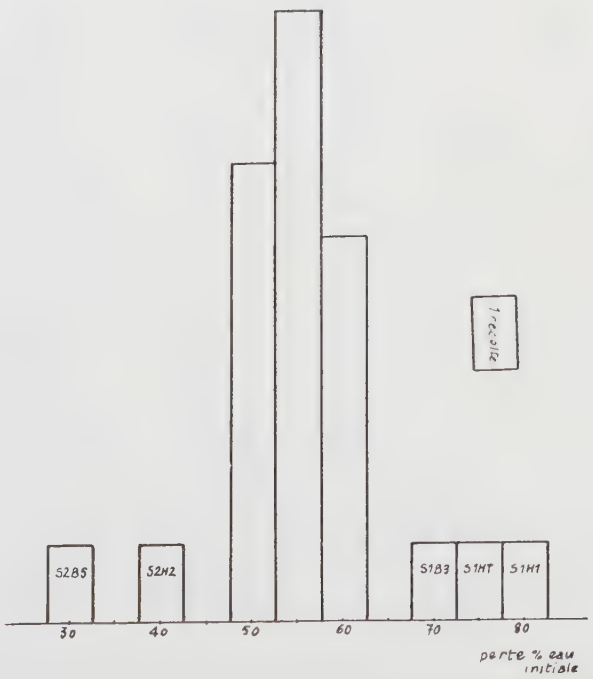
Au jaunissement, quel que soit l'étage foliaire, les tabacs ont normalement perdu 50-60 % de l'eau initialement contenue dans les feuilles. La perte d'eau varie de 70 à 90 % lors du brunissement. Pack (1956) signale pour des tabacs pour capes de cigares une perte d'eau de 35-55 % au jaunissement et de 60-70 % au brunissement.

3. Variation de la matière sèche.

L'allure des courbes représentant la variation de la matière sèche au cours du séchage n'est pas identique pour tous les étages foliaires, mais semble assez constante à l'intérieur d'un même étage.

GRAPHIQUE VIII

Distribution des récoltes
en fonction de la perte d'eau au jaunissement



GRAPHIQUE IX

Distribution des récoltes
en fonction de la perte d'eau au brunissement

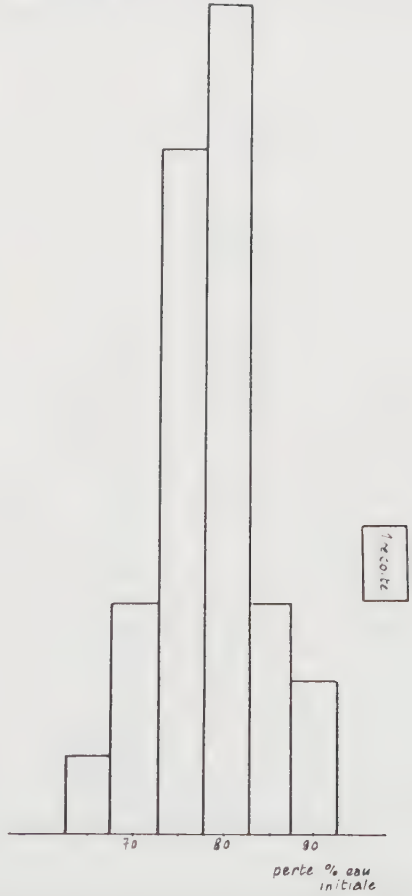


TABLEAU XIX

Variation de la matière sèche au cours de la dessiccation
Perte quotidienne en pour cent de la matière sèche initiale

	Feuilles basses	Feuilles médianes	Feuilles hautes
De la récolte au jaunissement	1,5 % par jour pendant 9,3 jours	1,5 % par jour pendant 9,8 jours	1,35 % par jour pendant 9,2 jours
Du jaunissement au brunissement	0,65 % par jour pendant 7,7 jours	0,5 % par jour pendant 9,2 jours	0,35 % par jour pendant 7,5 jours
Du brunissement à la dépente	0,15 % par jour pendant 31 jours	0,15 % par jour pendant 34 jours	0,1 % par jour pendant 32 jours

La perte de matière sèche quotidienne moyenne pour l'ensemble des récoltes de chaque étage a été calculée. Les résultats, ainsi que les durées moyennes des différentes phases du traitement, *pour les tabacs de la campagne de culture* 1960, sont reportés au tableau XIX.

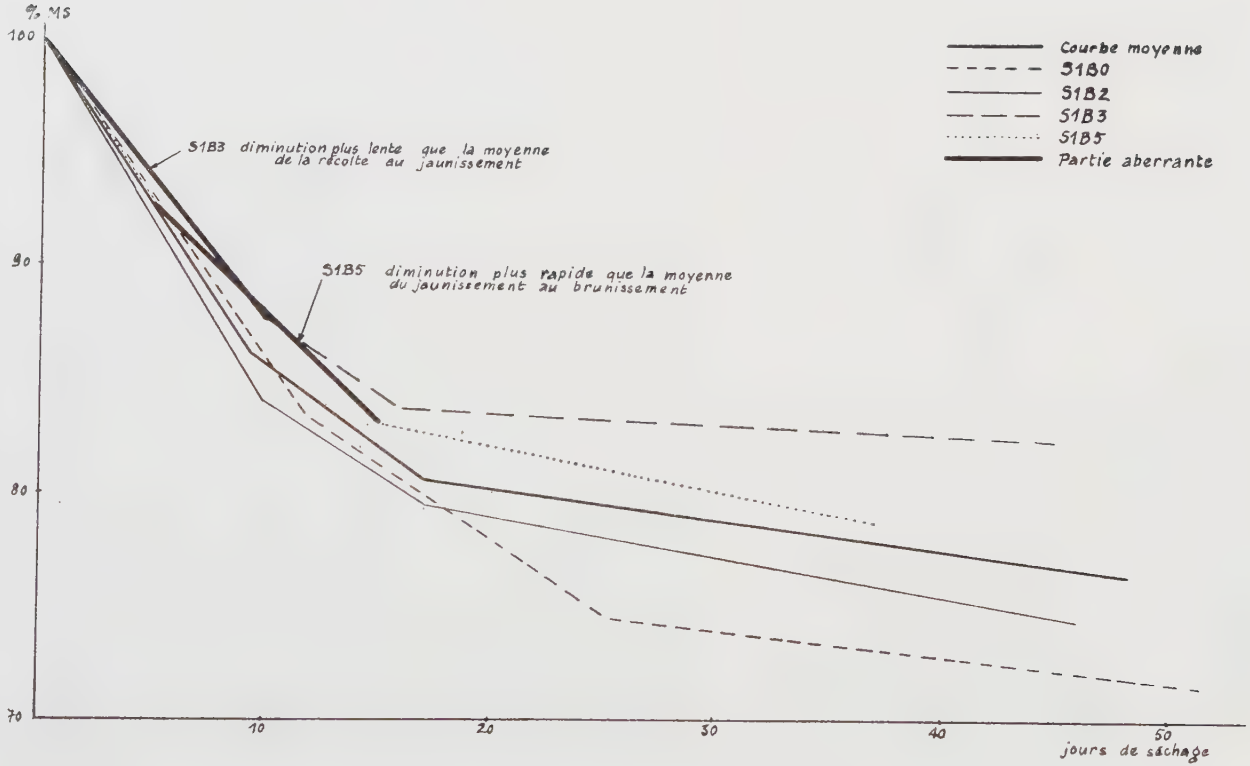
On remarque que les feuilles basses et les feuilles médianes ont un comportement très voisin, bien que les médianes perdent moins que les basses du jaunissement au brunissement. Par contre, les feuilles hautes se comportent différemment : la perte de matière sèche y est toujours moins active que pour les autres feuilles. Il est difficile d'expliquer ce fait ; des différences dans la composition chimique doivent intervenir, mais il convient de rappeler que les conditions d'ambiance lors de la dessiccation ne sont plus les mêmes en fin de saison, lors de la récolte des feuilles hautes, ce qui contribue peut-être à diminuer l'activité catabolique.

Bien que les valeurs figurant au tableau XIX ne présentent essentiellement qu'un intérêt théorique, les courbes construites d'après elles indiquent de façon assez précise l'allure de la perte de matière sèche au cours du séchage (voir graphique X). Cependant certains tabacs s'écartent sensiblement du comportement moyen ainsi défini, les observations suivantes ont pu être faites à leur sujet :

— S1B3 : perte trop faible pendant le jaunissement, à rapprocher

GRAPHIQUE X

Variation de la matière sèche au cours du séchage. — Feuilles basses



des observations relatives aux graphiques VI et VIII. On peut l'expliquer par un arrêt brutal dans l'évolution dû vraisemblablement à une déshydratation trop rapide. Il s'ensuit un rendement en poids à la dépente trop élevé (tableau XI).

— S1B4 et S2B4 : perte trop forte pendant le jaunissement. Ces lots ont subi la fermentation à la pente dans un local insuffisamment aéré. On constate une nette influence défavorable sur la qualité.

— S1H1 : perte trop faible pendant le jaunissement. Ce lot est à rapprocher de S1B3.

— S2MT et S2HT : ces lots ont été récoltés en même temps que S2B4. Mêmes observations que précédemment.

— S1B5 et S2B5 : perte trop forte pendant le brunissement. Influence sensible sur le rendement en poids. La possibilité d'accélérer la fin du séchage en vue d'une économie de matière peut s'envisager pour ces lots qui furent récoltés très tardivement. Cette perte prolongée est à rattacher aux observations faites pour S2B5 sur la perte de poids et d'eau au jaunissement (graphiques VI et VIII). La forte teneur en eau lors du brunissement peut avoir favorisé la persistance des réactions cataboliques.

CONCLUSIONS

— Les feuilles basses à la récolte ont généralement une teneur en eau plus élevée que les feuilles des étages supérieurs, les hautes en particulier.

— La maturité des feuilles n'a pas une influence très marquée sur la teneur en eau à la récolte ; celle-ci semble cependant plus forte lorsque les feuilles sont plus mûres.

— La presque totalité de l'eau contenue dans les feuilles est éliminée au cours de la dessiccation. Aux stades jaunissement et brunissement, on constate respectivement des pertes relatives de 50-60 % et 70-90 % par rapport à la quantité d'eau initiale.

— L'importante perte d'eau se traduit par une très forte diminution du poids ; au jaunissement les tabacs ont perdu 45-55 % du poids initial, au brunissement 65-75 %. Les feuilles à la dépente ne pèsent plus que 10-20 % du poids initial.

— La matière sèche varie également au cours du séchage ; les

feuilles médianes en perdent généralement moins que les basses mais plus que les hautes.

— La perte de matière sèche est fonction du degré de maturité ; pour un même étage foliaire, une feuille âgée perd généralement moins qu'une feuille jeune.

— Les tabacs séchés en tiges perdent beaucoup plus de matière sèche que ceux traités en feuilles.

— Les conditions de séchage ont une influence certaine sur la diminution de la substance des feuilles. Le poids des feuilles séchées rapidement s'abaisse moins que celui des feuilles conservant pendant longtemps une teneur en eau élevée.

B) ÉVOLUTION AU COURS DU STOCKAGE AVANT FERMENTATION

Après dessiccation le tabac sec est dépendu et conservé jusqu'à la mise en fermentation. La conservation est assurée en touffes dans le cas des tabacs traités en feuilles, ou en bancs dans le cas des tabacs ayant séché sur la tige.

Quel que soit le système utilisé, les feuilles sont autant que possible isolées par des toiles ou des paillassons pour éviter qu'elles ne subissent trop intensément les variations de la température et de l'humidité relative de l'air. Celles-ci pourraient en effet entraîner des changements brusques et répétés dans la teneur en eau du tabac et provoquer ainsi une diminution de ses propriétés physiques.

Lors de la mise en touffe ou en banc, il est nécessaire que le tabac ait une humidité suffisante pour qu'il puisse subir les manipulations sans dégâts, mais non excessive afin d'éviter les accidents (échauffement, fermentation, moisissures) qui risqueraient alors de se produire. La teneur en eau optimum pour cette opération est fonction de la nature du produit ; on peut l'estimer à 23 % environ.

Pendant la conservation, il est nécessaire, afin de pouvoir déceler assez tôt les avaries susceptibles de se produire, de visiter fréquemment les touffes et les bancs. En général, il suffit de les sonder à la main pour constater qu'il ne se produit pas d'échauffement anormal.

Au cours de ce stockage, il est quasi inévitable que la teneur en eau des tabacs s'abaisse et il est en général indispensable de

TABLEAU XX

Variation du poids de matière sèche au cours du séchage et de la conservation

Stades	S1			S2			Observations
	Basses 30 f.	Méd. 40 f.	Haut. 30 f.	Basses 30 f.	Méd. 40 f.	Haut. 30 f.	
Récolte.....	193,90	304,40	223,50	173,70	313,00	261,90	Evolution du poids
Jaunissement ..	160,50	261,35	196,40	149,75	273,95	235,90	de MS, en gram-
Brunissement ...	151,80	251,50	194,85	138,40	255,75	226,15	mes, pendant
Dépente	143,90	241,60	191,30	133,60	236,75	220,65	le séchage
Av. fermentation	138,95	239,55	189,70	129,10	233,85	213,80	et la conservation
Récolte.....	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	Evolution de la
Jaunissement ..	82,8	85,9	87,9	86,2	87,5	90,1	MS en % de la
Brunissement ...	78,3	82,6	87,2	79,7	81,7	86,3	MS initiale pen-
Dépente	74,1	79,4	85,6	76,9	75,6	84,2	dant le séchage
Av. fermentation	71,7	78,7	84,9	74,3	74,7	81,6	et la conservation
Durée de stockage	5 mois	4 mois	4 mois	4 mois et demi	4 mois	3 mois et demi	

les réassouplir en vue des manipulations ultérieures (triage, manocage, emballage). L'aspect des feuilles tend à s'uniformiser ; certains reflets verts s'atténuent ou disparaissent ; l'odeur de vert diminue.

Il se produit également une variation du poids de la matière sèche des feuilles qui diminue dans des proportions variables. Le tableau XX montre la diminution du poids sec, au cours du séchage et de la conservation en banc, d'échantillons destinés à suivre l'évolution de la matière sèche des feuilles de la récolte à la fin de la fermentation (tableau I), et le pourcentage de matière sèche actuelle par rapport à la matière sèche initiale (valeur à la récolte = 100) lors de chaque prélèvement.

C) ÉVOLUTION AU COURS DE LA FERMENTATION ET DU STOCKAGE

Généralités. — 1. *Aspect et propriétés physiques.*

Bien que les transformations pendant la fermentation soient moins spectaculaires qu'au cours de la dessiccation, les experts sont capables de reconnaître si le tabac qu'ils examinent est fermenté ou non et peuvent aussi en estimer approximativement le degré de fermentation.

Après fermentation la couleur du tabac devient plus uniforme, un peu plus foncée et plus terne. Le vert qui a pu être fixé sur les feuilles séchées trop vite s'atténue sensiblement et peut même parfois disparaître. Le tissu est moins gommeux ; son hygroscopicité a diminué, ce qui rendra sa conservation plus facile.

Les caractères de dégustation sont également modifiés ; le goût de « vert » a disparu en même temps que l'arôme s'est développé ; la combustibilité est améliorée.

2. *Diminution du poids et de la teneur en eau.*

La fermentation du tabac provoque une perte de poids qui peut atteindre 10 à 15 % du poids initial, et qui résulte d'une diminution de la teneur en eau et d'une perte de matière sèche.

Lors de la mise en fermentation les tabacs indigènes contiennent environ 27 % d'eau. Après traitement, ils n'en renferment plus que 20 % environ. Dans le cas de la fermentation artificielle, les teneurs en eau du tabac à la sortie des chambres sont un peu plus fortes en moyenne que celles du tabac fermenté naturellement. De plus, on observe après fermentation artificielle, une plus grande dispersion des taux d'humidité qui peut être préjudiciable à la conservation : le risque de moisissures se trouve accru et cela nécessite une surveillance plus stricte. Au point de vue de la fabrication des cigarettes, cette dispersion des taux d'humidité, qui est l'inconvénient technique principal de la fermentation en chambres chaudes, tend à augmenter le taux d'emploi.

Variation de la matière sèche.

L'étude de la variation de la matière sèche au cours de la fermentation a été réalisée sur les échantillons 11 à 30 des feuilles

TABLEAU XXI

Variation de la matière sèche
au cours de la fermentation artificielle (FA) ou naturelle (FN)

Prélèvements	S1B	S1M	S1H	S2B	S2M	S2H
Avant fermentation	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Sortie des chambres (FA)	99,2	100,5	99,6	98,6	99,8	99,2
Emballage après fermentation artificielle	98,5 99,2	100,6 98,8	99,6 100,0	99,1 100,3	99,6 99,7	98,1 99,9
Après stockage (FA) (octobre).....	95,3	91,4	93,6	98,4	94,7	96,8
Premier retournement (FN)	98,3	98,5	99,8	99,1	99,6	98,1
Deuxième retournement (FN)	98,7	98,5	99,3	98,0	97,4	97,8
Emballage après fermentation naturelle	91,8 91,5	88,9 89,0	91,2 91,2	95,7 95,1	92,8 92,1	92,4 92,9
Après stockage (FN) (octobre)	91,2	88,4	90,1	93,7	91,0	92,4
Economie réalisée en fermentation artificielle par rapport à la fermentation naturelle	4,1	3,0	3,5	4,7	3,7	4,4

basses, médianes et hautes provenant des parcelles S1 et S2 (tableau I).

Les résultats figurant aux tableaux XXI et XXII appellent les remarques suivantes.

Le tabac, après la phase active de la fermentation artificielle et jusqu'à l'emballage, accuse une très faible diminution du poids de matière sèche, 0,5 % en moyenne pour l'ensemble des produits examinés. Pour certains lots, on observe parfois même une augmentation de la matière sèche ; ceci peut être dû à une imprécision de l'échantillonnage, de même que les écarts observés pour les déterminations répétées (écart maximum pour S1M, Emballage après fermentation artificielle, tableau XXI : 100,6 et 98,8). Cependant les écarts peuvent aussi vraisemblablement s'expliquer en partie par le fait qu'à ce stade le tabac n'est manifestement pas stabilisé.

En effet, après un stockage en balles de cinq à six mois, au cours duquel un certain échauffement a été constaté (graphique III, page 33), des prélèvements effectués en octobre 1961 montrent que le tabac fermenté artificiellement a perdu en moyenne 5 % de matière sèche. Ce sont les feuilles médianes qui semblent alors

TABLEAU XXII

Variation de la matière sèche au cours de la fermentation artificielle (FA) ou naturelle (FN) (Valeurs moyennes)

Prélèvements	Moyenne arithmétique pour S1 et S2 en fonction de l'étage foliaire			Moyenne pondérée par parcelle, tous étages foliaires		Moyenne pondérée générale
	Basses	Médianes	Haut.	S1	S2	S1 et S2 tous étages
Avant fermentation	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Sortie des chambres (FA) .	98,9	100,1	99,4	99,9	99,3	99,6
Emballage après fermentation artificielle	98,8 99,7	100,1 99,2	98,8 100,0	99,7 99,7	98,9 99,9	99,3 99,8
Après stockage (FA) (octobre)	96,8	93,0	95 2	93 1	96,3	94,7
Premier retournement (FN)	98,7	99,0	98,9	98,9	98,5	98,7
Deuxième retournement (FN)	98,3	97,9	98,5	98,8	97,8	98,3
Emballage après fermentation naturelle	93,7 93,3	90,8 90,5	91,8 92,0	90,4 90,4	93,3 93,1	91,8 91,8
Après stockage (FN) (octobre)	92,4	89,7	91,2	89,7	92,1	90,9
Economie FA/FN	4,4	3,3	4,0	3,4	4,2	3,8

avoir perdu le plus (8,6 % pour S1M et 5,3 % pour S2M, soit 7 % en moyenne).

Les feuilles basses n'ont perdu que 3,2 % en moyenne (4,7 % pour S1B et 1,6 % pour S2B) ; les techniciens admettent généralement que les tabacs maigres fermentent moins activement que les tabacs nourris, cela se trouverait vérifié ici. La perte moyenne pour les feuilles hautes est de 4,8 % (6,4 % pour S1H et 3,2 % pour S2H).

La diminution de matière sèche constatée au cours de la fermentation naturelle est plus importante qu'en fermentation artificielle. Cependant jusqu'au deuxième retournement la perte reste faible (en moyenne pour tous les étages foliaires, 1,3 % jusqu'au premier retournement, 1,7 % jusqu'au second retournement).

C'est entre le deuxième retournement et le démontage des bancs de fermentation que se situe la perte la plus importante. Pourtant, pendant cette période, la température observée dans les masses reste peu élevée ; il faut noter cependant que cette phase est la plus longue de tout le processus.

Lors de l'emballage après fermentation naturelle, la perte de matière sèche moyenne est de l'ordre de 8 %. On observe ici encore des différences entre les étages foliaires ; les feuilles basses ont moins perdu que les autres étages et les feuilles médianes présentent les pertes les plus fortes (6,6 % en moyenne pour les basses de S1 et S2, 9,3 % pour les médianes et 8,1 % pour les hautes).

Il faut remarquer la bonne reproductibilité des valeurs obtenues dans les répétitions (écart maximum pour S2M, Emballage après fermentation naturelle, tableau XXI : 92,8 et 92,1). Ceci est vraisemblablement lié au fait que la dégradation est plus poussée au cours du traitement naturel. La stabilisation est ici meilleure que dans le traitement en chambres chaudes ; les tabacs fermentés naturellement, après un stockage de quatre mois, ont été prélevés en octobre 1961. Aucune élévation de la température des balles n'avait été constatée ; une légère perte supplémentaire de matière sèche a cependant été observée, en général inférieure à 1 %.

Les pertes de matière sèche constatées peuvent paraître élevées. Cependant Kanai et Kobata (1957) sur le tabac japonais « Nambu » signalent une perte de 6-8 % au cours de la fermentation en masses. Petrenko et D'Jachkin (1958) sur makhorka, trouvent 6 % environ. Vickery et Meiss (1953) estiment que dans certains cas la perte de matière sèche pendant la fermentation naturelle peut atteindre et dépasser 20 %.

La comparaison des valeurs finalement trouvées pour les échantillons après stockage met en évidence un avantage appréciable de la fermentation artificielle se traduisant par une économie de la matière sèche qui, dans le cas présent, est toujours supérieure à 3 %. Elle paraît être plus importante pour les feuilles basses que pour les feuilles des autres étages ; elle est plus faible pour les médianes.

Cette conclusion semble avoir une portée assez générale, bien que l'essai ne porte que sur les seuls tabacs de l'année 1961. En effet, la constitution des échantillons au moment de la récolte permet d'obtenir, après un séchage homogène, des lots de feuilles comparables qui prélevés aux différents stades de la fer-

mentation fournissent des renseignements très précis. Le tableau XXIII donne les poids de matière sèche des échantillons prélevés avant la mise en fermentation (21 et 22), et après stockage (tabacs fermentés artificiellement : 27 et 28, tabacs fermentés naturellement : 29 et 30). L'examen des résultats permet de constater l'homogénéité des poids lors d'un même prélèvement et les différences relativement importantes qui existent entre les poids aux divers prélèvements.

TABLEAU XXIII

Poids de matière sèche des tabacs non fermentés et après stockage (en grammes)

	S1B 30 f.	S1M 40 f.	S1H 30 f.	S2B 30 f.	S2M 40 f.	S2H 30 f.	Epoque des prélèvements.
21	140,55	229,25	188,00	127,40	225,45	217,70	Avant fermentation.
22	139,20	227,70	190,75	127,45	226,30	220,25	
27	133,00	210,10	176,70	125,20	215,20	210,30	Après stockage, tabacs fermentés artificiellement.
28	133,25	207,60	178,10	125,80	212,90	213,50	
29	128,00	203,20	169,60	119,80	207,20	201,00	Après stockage, tabacs fermentés naturellement.
30	126,95	201,20	171,50	119,00	204,40	203,20	

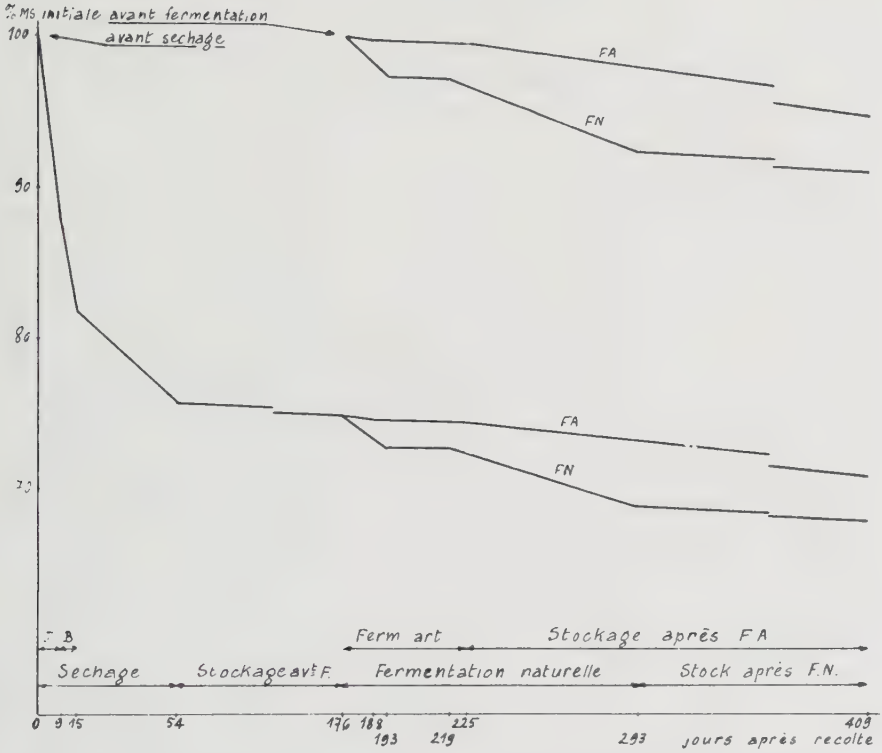
D'autre part, il convient de signaler que pour un même étage foliaire, les tabacs des deux parcelles S1 et S2 étaient très différents, ce qui explique les écarts importants qui existent entre les valeurs correspondantes reportées aux tableaux XXI et XXII et tend à confirmer les observations relatives à l'économie de matière sèche obtenue en fermentation artificielle.

Il est vraisemblable qu'un stockage prolongé aurait pu amener une diminution supplémentaire de la matière sèche dans les tabacs traités en chambre. Cependant, on peut supposer que l'amplitude de ce phénomène aurait été réduite, si on considère l'allure de la variation de la température au cours du séjour en balles. Dès le mois de juillet, les tabacs fermentés artificiellement ne semblent plus subir d'échauffement et se comportent comme ceux ayant subi la fermentation naturelle en bancs (graphique III, page 3.).

Le graphique XI représente, en fonction du temps et du traitement, la variation de la matière sèche constatée de la récolte à

GRAPHIQUE XI

Variation de la matière sèche pendant le séchage et la fermentation
Feuilles médianes de S2



la fin du stockage pour les feuilles médianes de la parcelle S2 (tableaux XX et XXI).

Un contrôle de la perte de matière sèche en fonction du mode de fermentation a été effectué sur des échantillons provenant des récoltes réalisées à des dates différentes et destinées principalement à l'étude du séchage (tableaux II et III, pages 23 et 24).

Le tableau XXIV montre, pour ces échantillons, l'évolution de la matière sèche au cours de la fermentation. Les valeurs qui y figurent ne sont pas rigoureusement comparables, car les produits étudiés n'ont pas tous été récoltés dans les mêmes conditions de maturité ; par ailleurs, ils furent soumis à des conditions de séchage très différentes. Cependant les résultats confirment les observations faites précédemment sur l'avantage de la fermentation artificielle.

TABLEAU XXIV

Évolution de la matière sèche au cours de la fermentation
Échantillons de l'essai sur la maturité

	Tabacs avant fermentation	Tabacs stockés après FA	Tabacs stockés après FN	Economie FA/FN
S1B0	100,0	94,4	91,0	3,4
S1B1	100,0	94,7	92,3	2,4
S1B2	100,0	96,4	93,0	3 4
S1B3	100,0	93,0	89,5	3,5
S1B4 (*a*)	100,0	92,5	92,8	— 0,3
S1B5	100,0	97,5	93,0	4,5
S2B1	100,0	98,0	94,2	3,8
S2B2	100,0	97,5	94,5	3,0
S2B3 (*a*)	100,0	93,9	92,5	1,4
S2B4	100,0	94,3	91,8	2,5
S2B5	100,0	96,5	94,1	2,4
S1M1	100,0	92,8	89,8	3,0
S1M2	100,0	94,7	90,4	4,3
S1M3	100,0	95,9	92,4	3,5
S2M1	100,0	93,9	86,8	7,1
S2M2	100,0	92,7	88,6	4,1
S2M3	100,0	92,3	91,2	1,1
S1H1	100,0	92,2	86,7	5,5
S1H2	100,0	94,8	93,7	1,1
S1H3	100,0	96,8	94,4	2,4
S2H1	100,0	91,4	85,7	5,7
S2H2	100,0	96,0	91,1	4,9
S2H3	100,0	93,3	91,5	1,8

(*a*) S1B4 et S2B3 : lots dont le comportement est vraisemblablement aberrant par suite d'accidents de séchage ; fermentation à la pente (tableau XIV).

CONCLUSIONS

— La matière sèche diminue au cours de la fermentation. Ce sont les feuilles basses qui semblent perdre le moins.

— La perte de matière sèche au cours de la phase active de la fermentation artificielle est très faible (inférieure à 1 % en général). C'est au cours du stockage après emballage définitif que la perte est la plus importante. Cette activité catabolique se manifeste par une élévation sensible de la température des tabacs stockés après traitement en chambres chaudes.

— L'influence des conditions de fermentation n'a pas été étudiée, notamment celle du conditionnement du tabac au point de vue humidité. Celui-ci est vraisemblablement susceptible de modifier l'allure de la perte au cours du stockage.

— En fermentation naturelle, la perte est relativement peu élevée (2 % environ) jusqu'au second retournement. C'est pendant la troisième phase de fermentation, la moins active apparemment mais la plus longue, que la matière sèche diminue le plus. Au cours du stockage en balles définitives, on n'observe plus ensuite qu'une très faible perte et la température des tabacs ne varie pratiquement pas.

— La fermentation artificielle permet, par rapport au traitement en masses, une économie de matière au moins égale à 3 % de la valeur initiale. Les conditions réalisées pour la fermentation en chambres peuvent certainement modifier cette valeur ; peut-être même est-il possible d'augmenter l'économie si l'emballage est réalisé à un taux d'humidité plus faible.

— L'importance de la perte au cours de la fermentation est fonction de la nature des tabacs. Il semble que les feuilles médianes perdent plus que les feuilles hautes et surtout que les feuilles basses. Les conditions de culture exercent aussi une influence certaine, comme le montre la comparaison des résultats obtenus pour les parcelles S1 et S2.

CHAPITRE IV

GLUCIDES

Ce chapitre est consacré à l'étude de tous les constituants glucidiques envisagés dans ce travail : amidon, sucres solubles, cellulose et matières pectiques. Les résultats qui y figurent sont exprimés en % de la matière sèche ; de plus, ceux qui correspondent à des prélèvements en cours de traitement sont rapportés à la matière sèche initiale (à la récolte ou avant fermentation) : il est ainsi possible d'étudier leur variation.

TENEURS A LA RÉCOLTE

1. Amidon.

L'amidon peut être présent en assez grande quantité dans les feuilles de tabac Paraguay à la récolte. Le tableau XXV donne les teneurs constatées pour les divers étages foliaires en fonction de la date de maturité.

Alors que dans la parcelle S1 les feuilles basses en contiennent plus que les feuilles des autres étages, c'est le contraire qu'on observe dans la parcelle S2. On remarque en outre que pour tous les étages foliaires de S1, l'amidon diminue lorsque les feuilles vieillissent. Ceci se vérifie également pour les feuilles hautes de S2 ; il y a peu de variation chez les médianes ; par contre, on assiste lors de la maturation des feuilles basses de la deuxième parcelle, à une accumulation sensible de l'amidon.

Si on compare dans chaque essai, la teneur en amidon des feuilles des trois étages foliaires cueillies simultanément à la date habituelle de récolte en tiges, S1B4-S1MT-S1HT et S2B4-S2MT-S2HT, on constate que les feuilles basses en contiennent moins

TABLEAU XXV. — *Variation de la teneur en amidon à la récolte en fonction de la maturité (Résultats exprimés en glucose)*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Amidon en % MS		Amidon en % MS		Amidon en % MS		Amidon en % MS
S1B0	14,1	S1M1	10,7	—	—	S2M1	10,7
S1B1	13,7	S1M2	7,4	S2B1	4,9	S2M2	10,7
S1B2	9,2	S1M3	6,2	S2B2	5,5	S2M3	11,4
S1B3	7,4	S1H1	5,7	S2B3	6,5	S2H1	14,0
S1B4	6,3	S1H2	2,5	S2B4	7,0	S2H2	7,1
S1B5	6,7	S1H3	3,1	S2B5	8,4	S2H3	8,5
—	—	S1MT	7,2	—	—	S2MT	12,2
—	—	S1HT	7,3	—	—	S2HT	12,4

TABLEAU XXVI. — *Évolution des sucres solubles totaux au cours du séchage en fonction de la maturité (Résultats exprimés en glucose)*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS à la récolte			% MS actuelle	% MS à la récolte
S1B0	8,6	1,4	1,0	—	—	—	—
S1B1	8,8	1,6	1,1	S2B1	8,7	0,4	0,3
S1B2	7,2	0,7	0,5	S2B2	11,7	0,8	0,6
S1B3	7,3	1,3	1,1	S2B3	12,7	1,5	1,2
S1B4	7,8	1,1	0,9	S2B4	13,3	2,6	2,0
S1B5	8,7	1,2	1,0	S2B5	12,9	2,9	2,2
S1M1	4,9	0,6	0,4	S2M1	8,0	0,9	0,7
S1M2	5,1	0,8	0,6	S2M2	8,3	0,9	0,7
S1M3	6,5	0,9	0,7	S2M3	8,2	1,7	1,2
S1H1	2,4	0,4	0,3	S2H1	3,7	0,6	0,4
S1H2	4,6	0,5	0,4	S2H2	3,8	0,6	0,5
S1H3	2,5	0,5	0,4	S2H3	4,1	1,0	0,8
S1MT	8,3	1,2	0,9	S2MT	9,6	1,9	1,4
S1HT	5,5	0,7	0,6	S2HT	6,9	1,3	1,0

TABLEAU XXVII

Variation des sucres réducteurs au cours du séchage en fonction de la maturité (Résultats exprimés en glucose)

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS à la récolte			% MS actuelle	% MS à la récolte
S1B0	8,3	1,2	0,9	—	—	—	—
S1B1	8,4	1,4	1,0	S2B1	8,6	0,4	0,3
S1B2	6,8	0,6	0,4	S2B2	11,6	0,7	0,5
S1B3	6,6	1,1	0,9	S2B3	10,8	1,3	1,0
S1B4	7,3	0,9	0,7	S2B4	10,0	2,3	1,8
S1B5	6,3	1,0	0,8	S2B5	9,2	2,7	2,0
S1M1	4,4	0,5	0,3	S2M1	7,6	0,6	0,4
S1M2	4,3	0,5	0,4	S2M2	6,6	0,7	0,5
S1M3	4,3	0,6	0,5	S2M3	7,2	1,6	1,1
S1H1	2,1	0,3	0,2	S2H1	2,8	0,5	0,3
S1H2	1,8	0,4	0,3	S2H2	2,6	0,5	0,4
S1H3	1,6	0,4	0,3	S2H3	2,9	0,9	0,7
S1MT	5,1	0,6	0,5	S2MT	2,2	1,6	1,2
S1HT	2,2	0,5	0,4	S2HT	2,7	1,1	0,8

que les feuilles supérieures plus jeunes. Ceci confirme les observations faites par DE BONIS en 1951. Il semblerait donc que l'amidon ait tendance à diminuer lorsque les feuilles vieillissent. On peut noter à l'appui de cette hypothèse la forte teneur trouvée pour S2H1 (14,0 %) ; il convient d'autre part de signaler que des feuilles basses hors-essai cueillies très tôt en S1 (18 juillet) contenaient environ 18 % d'amidon. Cependant l'augmentation de l'amidon constatée lors de la maturation des feuilles basses de S2 montre la complexité du problème. Les différences observées dépendent probablement de multiples facteurs tels que les conditions de végétation, la date de plantation, la fumure, le climat...

2. SUCRES SOLUBLES.

La teneur en sucres solubles totaux est plus élevée chez les feuilles basses que chez les feuilles des autres étages. Ce sont les

TABLEAU XXVIII

Variation des sucres non réducteurs au cours du séchage en fonction de la maturité (Résultats exprimés en glucose)

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS à la récolte			% MS actuelle	% MS à la récolte
S1B0	0,3	0,2	0,1	—	—	—	—
S1B1	0,4	0,2	0,1	S2B1	0,1	0,0	0,0
S1B2	0,4	0,1	0,1	S2B2	0,1	0,1	0,1
S1B3	0,7	0,2	0,2	S2B3	1,9	0,2	0,2
S1B4	0,5	0,2	0,2	S2B4	3,3	0,3	0,2
S1B5	2,4	0,2	0,2	S2B5	3,7	0,2	0,2
S1M1	0,5	0,1	0,1	S2M1	0,4	0,3	0,3
S1M2	0,8	0,3	0,2	S2M2	1,7	0,2	0,2
S1M3	2,2	0,3	0,2	S2M3	1,0	0,1	0,1
S1H1	0,3	0,1	0,1	S2H1	0,9	0,1	0,1
S1H2	2,8	0,1	0,1	S2H2	1,2	0,1	0,1
S1H3	0,9	0,1	0,1	S2H3	1,2	0 1	0,1
S1MT	3,2	0,6	0,4	S2MT	1,4	0,3	0,2
S1HT	3,3	0,2	0,2	S2HT	4,2	0,2	0,2

feuilles hautes qui en contiennent le moins. Les valeurs figurant au tableau XXVI ne permettent pas de mettre en évidence une influence bien nette de la maturité ; il en est de même pour les sucres solubles réducteurs (tableau XXVII).

Par contre, les sucres solubles non réducteurs semblent avoir un comportement particulier (tableau XXVIII) ; ils sont en général peu abondants quel que soit l'étage foliaire, mais leur quantité semble toujours augmenter avec la maturité :

2,4 % en S1B5 au lieu de 0,3 % en S1B0,
3,7 % en S2B5 au lieu de 0,1 % en S2B1,
2,2 % en S1M3 au lieu de 0,5 % en S1M1.

Cependant, si on considère les valeurs trouvées pour S1HT et S2HT, on remarque qu'elles sont élevées (respectivement 3,3 et

4,2 %), bien que ces feuilles soient techniquement jeunes. Les conditions particulières de leur récolte (tous étages simultanément) sont sans doute responsables de cette anomalie ; il n'est pas impossible que la persistance des feuilles inférieures sur la plante contribue à modifier la nature des réserves des feuilles supérieures.

3. Sucres totaux (amidon + sucres solubles).

Les teneurs en sucres totaux semblent diminuer au cours du vieillissement des feuilles de tous les étages foliaires de la parcelle S1. A l'époque de la maturité technique, les feuilles hautes (S1H2) en contiennent en général relativement peu (moins de 10 %) ; les teneurs pour les feuilles basses (S1B2) et médianes (S1M2) sont comparables, un peu plus faibles pourtant chez ces dernières (tableau XXIX).

Dans la parcelle S2, on constate une augmentation des sucres totaux lorsque les feuilles basses mûrissent. Il n'y a pratiquement pas de différences pour les trois récoltes de médianes (18,7 % pour S2M1 et 19,6 % pour S2M3). En revanche, les feuilles hautes se comportent comme celles de la parcelle S1. La comparaison des teneurs dans les différents étages foliaires récoltés à maturité technique (S2B2, S2M2, et S2H2) permet sensiblement les mêmes remarques que précédemment.

Le graphique XII donne la variation des sucres totaux à la récolte en fonction de la maturité, pour les feuilles basses des deux parcelles.

Tatarcev (1960) a constaté que les tabacs d'Orient contenaient moins de sucres s'ils n'étaient pas mûrs. Spondr, travaillant sur diverses variétés de tabacs tchèques, a trouvé en 1955 que la teneur en sucres augmentait avec la maturité chez Criolo Missionero × Samsun et Criolo Missionero × Turque, mais diminuait au contraire lors du vieillissement, progressivement chez Virginia Gold, et plus rapidement chez les variétés vertes Gartenblatt et Havana IIC.

Les observations faites sur le Paraguay en fonction de la date de cueillette sembleraient en général rapprocher son évolution de celle des variétés vertes étudiées par Spondr. Il ne faut cependant pas perdre de vue les différences de comportement constatées pour les feuilles basses de la parcelle S2. La diversité des résultats obtenus laisserait plutôt supposer que le problème des réserves glucidiques et de leur variation en fonction de l'âge des feuilles ne

TABLEAU XXIX

Évolution des sucres totaux au cours du séchage en fonction de la maturité (Résultats exprimés en glucose)

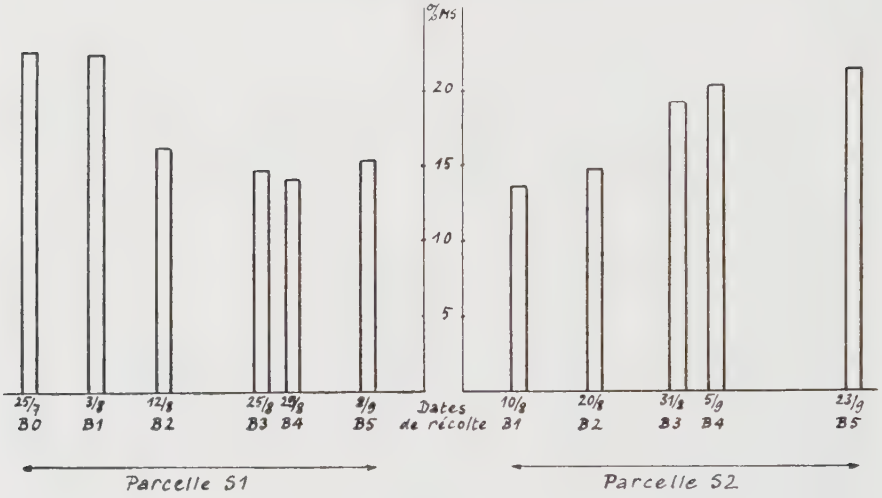
Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	22,7	1,4	1,0	96	—	—	—	—	—
S1B1	22,5	1,6	1,1	95	S2B1	13,6	0,4	0,3	98
S1B2	16,4	0,7	0,5	97	S2B2	17,3	0,8	0,6	96
S1B3	14,7	1,3	1,1	93	S2B3	19,2	1,5	1,2	94
S1B4	14,1	1,1	0,9	94	S2B4	20,3	2,6	2,0	90
S1B5	15,4	1,2	1,0	94	S2B5	21,3	2,9	2,2	90
S1M1	15,6	0,6	0,4	97	S2M1	18,7	0,9	0,7	96
S1M2	12,5	0,8	0,6	95	S2M2	19,0	0,9	0,7	96
S1M3	12,7	0,9	0,7	95	S2M3	19,6	1,7	1,2	94
S1H1	8,1	0,4	0,3	96	S2H1	17,7	0,6	0,4	98
S1H2	7,1	0,5	0,4	94	S2H2	10,9	0,6	0,5	95
S1H3	5,6	0,5	0,4	93	S2H3	12,6	1,0	0,8	94
S1MT	15,5	1,2	0,9	94	S2MT	21,8	1,9	1,4	94
S1HT	12,8	0,7	0,6	95	S2HT	19,3	1,3	1,0	95

peut s'envisager uniquement comme un caractère variétal, mais qu'il dépend en outre de nombreux facteurs culturaux et climatiques dont l'importance reste à préciser.

Smirnov (1928), sur tabacs d'Orient non écimés, a trouvé que lorsque tous les étages foliaires persistaient sur la plante, les feuilles supérieures étaient plus riches en sucres que les feuilles inférieures. Schmuck (1930) a constaté par contre une légère diminution dans les feuilles situées immédiatement sous les hautes. Ces deux avis ne correspondent pas aux observations qu'il est possible de faire sur le Paraguay écimé pour les termes B4, MT et HT des parcelles S1 et S2 (tableau XXIX) ; ce sont les médianes qui paraissent contenir le plus de sucres, et les feuilles hautes en renferment moins que les feuilles basses. En réalité il y a assez peu de différences

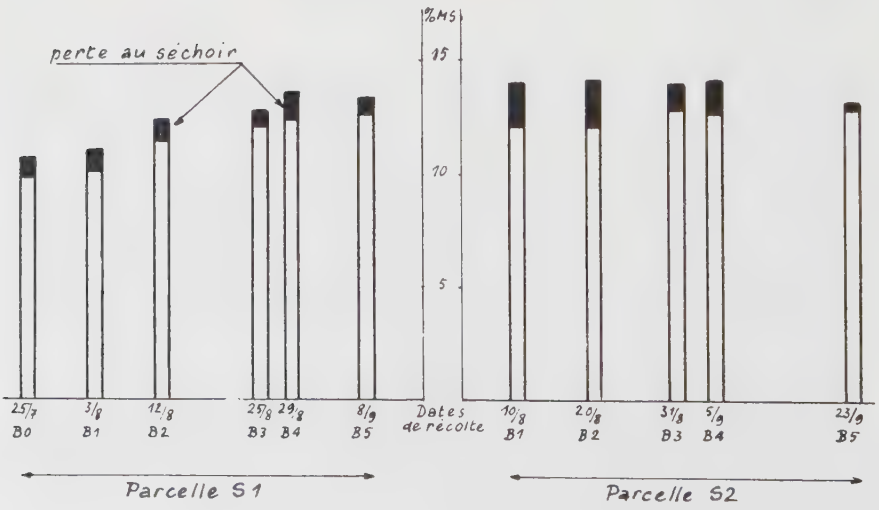
GRAPHIQUE XII

Variation des sucres totaux à la récolte
en fonction de la maturité
(Feuilles basses)



GRAPHIQUE XIII

Variation de la cellulose à la récolte et après séchage
en fonction de la maturité
(Feuilles basses)



entre les teneurs constatées et l'on ne peut tirer de conclusions bien certaines. Il convient de rappeler qu'une remarque faite précédemment au sujet de la quantité d'amidon dans les feuilles, correspond aux constatations de Smirnov ; les différences ne proviennent donc que des glucides solubles qui doivent représenter dans le métabolisme du végétal une forme relativement mobile.

4. Cellulose.

Les valeurs figurant au tableau XXX montrent l'évolution de la teneur en cellulose à la récolte, des feuilles des divers étages foliaires cueillies à des dates différentes. Le graphique XIII montre la variation, en fonction de la maturité, de la teneur à la récolte et de la perte au séchoir, pour les feuilles basses des deux parcelles.

La variation semble assez anarchique : les deux parcelles ne se comportent absolument pas de la même façon, et à l'intérieur d'une même parcelle, il existe des différences pour les divers étages foliaires. Alors qu'on constate, pour les feuilles basses de la parcelle S1 et les feuilles hautes de la parcelle S2, une augmentation plus ou moins sensible en fonction de la maturité, une tendance à la diminution semble se dégager pour les basses et les médianes de S2 ainsi que pour les hautes de S1.

En général, les feuilles basses à la récolte semblent contenir plus de cellulose que les feuilles des étages supérieurs.

Il est probable que les teneurs représentées dans les tableaux relatifs à la cellulose (XXX et XXXVI) ne correspondent pas à un composant bien défini et la méthode de dosage appliquée n'est vraisemblablement pas spécifique.

L'essai suivant le montre assez nettement. Des feuilles basses, autant que possible comparables, furent récoltées le 20 août 1960 à 18 h et le 21 août à 5 h, avant le lever du jour, afin d'étudier les variations nycthémérales de la teneur en amidon. Les résultats

Date et heure de récolte	En % de la matière sèche			Durée du séchage
	amidon	cellulose	azote total	
20 août, 18 h ...	5,3	14,7	2,25	56 jours
21 août, 5 h	2,4	18,0	2,51	35 jours

TABLEAU XXX

Variation de la cellulose au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	10,7	13,9	9,9	7	—	—	—	—	—
S1B1	11,1	14,6	10,3	7	S2B1	13,9	16,1	12,0	14
S1B2	12,4	15,4	11,5	7	S2B2	14,1	15,9	11,9	16
S1B3	12,7	14,6	12,0	5	S2B3	13,8	16,6	12,7	8
S1B4	13,5	15,9	12,3	9	S2B4	14,0	16,3	12,5	11
S1B5	13,3	16,0	12,6	7	S2B5	13,1	16,9	12,7	3
S1M1	11,6	14,2	10,5	9	S2M1	12,6	17,0	12,4	2
S1M2	12,1	14,1	11,3	7	S2M2	12,0	16,0	11,8	2
S1M3	11,9	13,7	11,0	8	S2M3	11,1	14,9	10,8	3
S1H1	12,4	13,2	11,2	10	S2H1	11,6	15,2	10,8	7
S1H2	12,2	11,7	10,2	16	S2H2	12,1	13,7	11,3	7
S1H3	11,1	10,9	9,6	14	S2H3	12,3	13,5	11,3	8
S1MT	11,7	14,0	10,9	7	S2MT	11,8	15,9	11,4	3
S1MT	12,4	12,5	10,2	18	S2HT	12,0	15,3	11,2	7

obtenus pour ces deux lots de feuilles basses montrent que cette teneur est plus forte le soir que le matin.

Par contre le taux de cellulose augmente assez nettement pendant la nuit. Il semble que l'amidon se soit transformé en des réserves différentes et que ces réserves aient ici été dosées comme « cellulose ». La teneur en azote total varie aussi de façon sensible (10%). Enfin il est curieux de constater la différence considérable qui existe entre les durées de séchage, les tabacs ayant été traités dans les mêmes conditions d'ambiance. Cette observation pourrait faire l'objet d'études ultérieures.

5. Pectines.

Le tableau XXXI donne la variation des matières pectiques en fonction de la maturité, de la récolte à la fin du séchage.

TABLEAU XXXI

Variation des pectines au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle 1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	11,7	14,0	9,9	15	—	—	—	—	—
S1B1	11,9	13,8	9,7	18	S2B1	13,0	15,5	11,6	11
S1B2	12,4	14,3	10,6	15	S2B2	13,3	16,0	12,0	10
S1B3	12,4	13,8	11,3	9	S2B3	12,9	15,6	11,9	8
S1B4	12,7	14 1	10,9	14	S2B4	12,7	15,3	11,8	7
S1B5	12,0	13,0	11,2	15	S2B5	12,5	13,9	10,5	16
S1M1	13,6	15,7	11,6	15	S2M1	15,0	16,6	12,1	19
S1M2	14,4	15,3	12,2	15	S2M2	14,0	17,0	12,5	11
S1M3	13,5	15,1	12,1	10	S2M3	14,6	14,4	10,4	29
S1H1	14,1	14,1	12,0	15	S2H1	12,6	16,1	11,4	10
S1H2	12,1	13,5	11,8	3	S2H2	13,1	14,3	11,8	10
S1H3	11,8	12,7	11,2	5	S2H3	13,0	13,7	11,4	12
S1MT	13,9	16,0	12,4	11	S2MT	13,6	16,2	11,7	14
S1HT	12,4	13,3	10,9	12	S2HT	13,3	15,3	11,3	15

Il n'est pas possible de mettre en évidence une influence certaine de la date de cueillette sur la quantité d'acide pectique contenue dans les feuilles à la récolte. Les teneurs déterminées pour les termes à comparer sont très voisines et la méthode de dosage utilisée est trop peu précise pour que les différences trouvées puissent s'interpréter.

Le graphique XIV représente la variation des pectines à la récolte et en cours de séchage pour les feuilles basses des deux parcelles.

6. Glucides totaux.

Les remarques faites précédemment au sujet des variations nycthémérales de la composition conduisent à considérer les constituants glucidiques dans leur ensemble.

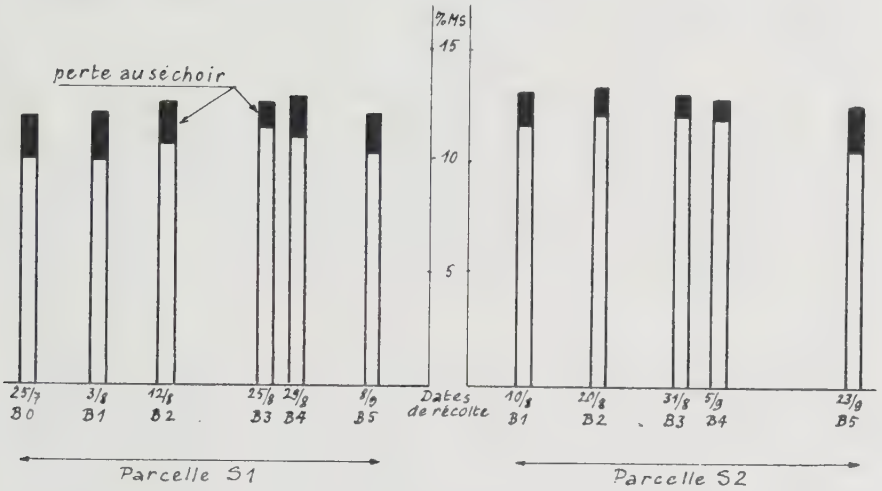
TABLEAU XXXII

Variation des glucides totaux au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1						Parcelle S2					
	Récolte	Dépente		Perte en %			Récolte	Dépente		Perte en %	
		% MS actuelle	% MS récolte	MS initiale	teneur récolte			% MS actuelle	% MS récolte	MS initiale	teneur récolte
S1B0	43,7	29,3	20,8	22,9	52	—	—	—	—	—	—
S1B1	44,1	30,0	21,1	23,0	52	S2B1	40,0	32,0	23,9	16,1	40
S1B2	42,3	30,4	22,6	22,6	47	S2B2	44,1	32,7	24,5	19,6	44
S1B3	39,1	29,7	24,4	14,7	38	S2B3	45,3	33,7	25,8	19,5	43
S1B4	39,7	31,1	24,1	15,6	40	S2B4	46,3	34,2	26,3	20,0	43
S1B5	40,0	30,2	23,8	16,2	40	S2B5	46,1	33,7	25,4	20,7	45
S1M1	39,7	30,5	22,5	17,2	43	S2M1	45,2	34,5	25,2	20,0	44
S1M2	38,3	30,2	24,1	14,2	37	S2M2	43,9	35,9	25,0	18,9	43
S1M3	37,5	29 7	23,8	13,7	37	S2M3	44,2	31,0	22,4	21,8	49
S1H1	34,0	27,7	23,5	10,5	31	S2H1	40,5	31,9	22,6	17,9	44
S1H2	31,0	25,7	22,4	8,6	28	S2H2	35,4	28,6	23,6	11,8	33
S1H3	28,2	24,1	21,2	7,0	28	S2H3	37,1	28,2	23,5	13,6	37
S1MT	40,4	31,2	24,2	16,2	40	S2MT	46,0	34,0	24,5	21,5	47
S1HT	36,9	26,5	21,7	15,2	41	S2HT	43,4	31,9	23,5	19,9	46

GRAPHIQUE XIV

Variation des matières pectiques à la récolte et après séchage en fonction de la maturité (Feuilles basses)



Les valeurs portées au tableau XXXII représentent la somme des teneurs trouvées pour les divers glucides étudiés dans ce travail :

amidon (en poids) + sucres solubles + cellulose + acide pectique.

Bien que la somme des constituants définis ci-dessus n'évolue pas de façon uniforme en fonction de la maturité, les variations constatées sont en général plus faibles que celles observées pour la somme amidon + sucres solubles (tableau XXIX, page 93). Ce bilan n'est manifestement pas complet ; les hémicelluloses et la lignine, en particulier, n'ont pas été étudiées. D'autre part, ces chiffres sont la somme des résultats trouvés pour des dosages dont la précision n'est pas toujours très bonne (amidon et pectines principalement). Néanmoins il semble qu'on puisse considérer que le vieillissement provoque certains remaniements qualitatifs au sein des réserves glucidiques. L'étude détaillée de ces transformations nécessiterait la mise au point de nombreuses techniques spécifiques et précises et ne peut s'envisager pour le moment.

Dans le cas du tabac le problème est d'ailleurs compliqué par le fait que seules les feuilles sont économiquement intéressantes. Mais la présence de la tige assure évidemment une liaison entre

les feuilles des divers niveaux. Dans l'étude de l'influence de la date de cueillette sur le poids à la récolte (Chapitre III), on a constaté entre les récoltes S2B2 et S2B3 une diminution de la matière sèche ; il est vraisemblable qu'il s'agit là plutôt d'une redistribution de la matière entre les différents organes végétaux (feuilles, bourgeons).

TABLEAU XXXIII

Poids de glucides par feuille au moment de la récolte
(en grammes : amidon + sucres solubles + cellulose + pectines)

	Glucides totaux		Glucides totaux		Glucides totaux		Glucides totaux
S1B0	2,68	S1M1	2,75			S2M1	3,32
S1B1	2,74	S1M2	2,83	S2B1	2,26	S2M2	3,35
S1B2	2,79	S1M3	3,22	S2B2	2,71	S2M3	3,54
S1B3	2,66	S1H1	2,30	S2B3	2,71	S2H1	3,25
S1B4	2,75	S1H2	2,54	S2B4	2,83	S2H2	3,03
S1B5	3,02	S1H3	2,55	S2B5	3,20	S2H3	3,26
		S1MT	3,04			S2MT	3,65
		S1HT	2,57			S2HT	3,62

Le tableau XXXIII donne le poids de glucides totaux par feuille. Il est établi à partir des taux de glucides figurant au tableau XXXII et des poids à la récolte des feuilles des différentes cueillettes (tableaux IX et X, pages 60 et 63).

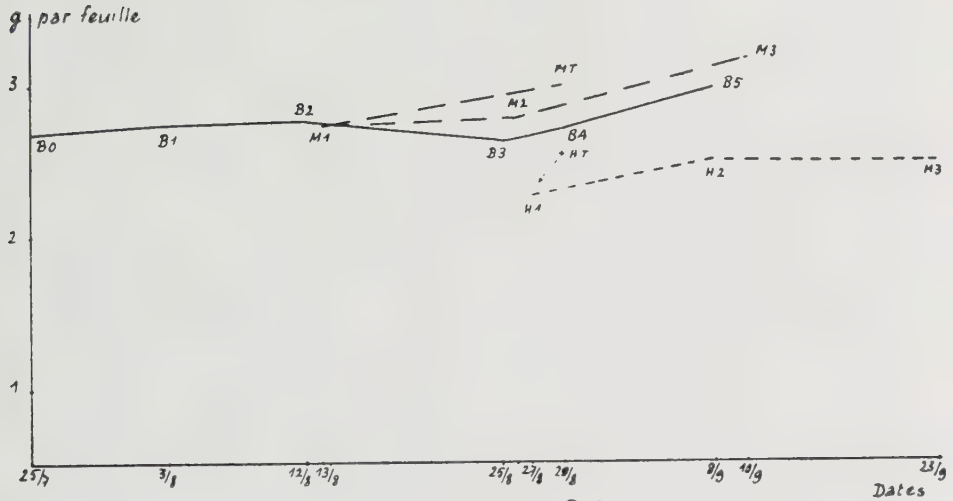
Le tableau XXXIII et le graphique XV permettent de faire les remarques suivantes.

Il y a peu de variation de S1B0 à S1B3, mais on peut noter une certaine diminution de S1B2 à S1B3 ; l'accumulation est ensuite constante de S1B3 à S1B5. Pour les feuilles basses de S2, un arrêt dans l'augmentation se produit également entre S2B2 et S2B3.

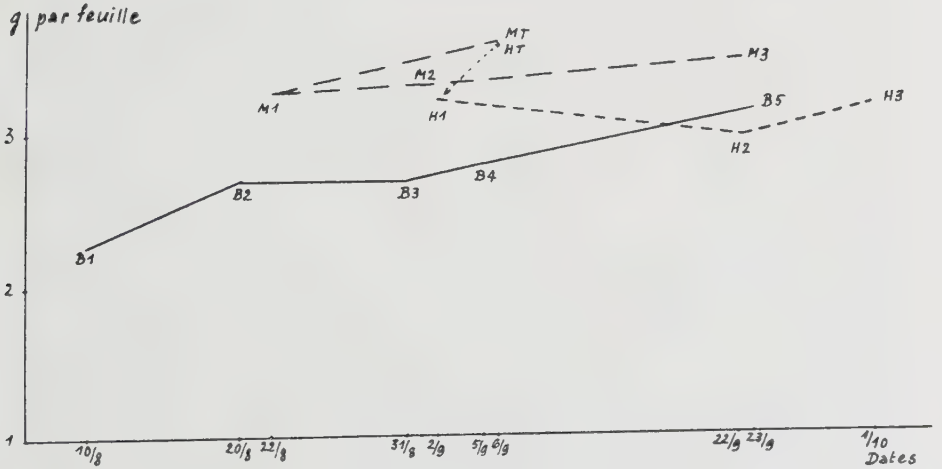
Les feuilles médianes M1 et MT ont été récoltées alors que les feuilles basses correspondantes étaient encore sur la plante. On remarque que l'augmentation entre M1 et MT est plus rapide que celle entre M1 et M2 ; en M2 les feuilles basses étaient déjà ramassées depuis un certain temps. Cela se vérifie pour les deux parcelles S1 et S2. Cette augmentation chez les médianes, accompagnée

GRAPHIQUE XV

Poids de glucides totaux par feuille à la récolte en fonction de la maturité



Parcelle S1



Parcelle S2

feuilles basses

feuilles médianes

feuilles hautes

entre B2 et B3 d'un ralentissement dans l'augmentation ou d'une diminution chez les feuilles basses, laisse supposer que ces dernières interviennent au moins en partie dans le métabolisme des glucides des feuilles supérieures. A l'appui de cette hypothèse, on peut noter l'accumulation plus forte en HT, à un moment où toutes les feuilles étaient encore présentes sur la plante, qu'en H1 où les médianes seules subsistaient avec les hautes. En S2H1, la quantité de glucides dans chaque feuille est plus élevée qu'en S2H2 ; les médianes, encore présentes sur la plante lors de la récolte de S2H1, sont sans doute responsables de ce phénomène.

La diminution constatée entre S2H1 et S2H2 s'accompagne d'une nette augmentation de la quantité d'acides organiques libres (comme le montre la variation du pH : tableau LXIII, page 176) et combinés (tableau LXV, page 179). Comme la cellulose et l'acide pectique augmentent, la variation s'est faite à partir des sucres solubles et de l'amidon qui représentent les éléments les plus fragiles de cet ensemble de substances.

D'autres constituants que les glucides peuvent aussi certainement migrer, et en particulier les matières azotées.

Le tableau XXXIV donne pour les diverses cueillettes effectuées la proportion de sucres solubles à la récolte par rapport aux glucides totaux définis précédemment. Les valeurs figurant dans ce tableau ont été obtenues à partir des teneurs à la récolte indiquées dans les tableaux XXVI et XXXII.

On constate en général une augmentation du rapport $\frac{\text{sucres solubles}}{\text{glucides totaux}}$ au cours de la maturation des feuilles. Cela correspond à une solubilisation des réserves particulièrement nette pour les feuilles basses des deux parcelles et pour les médianes de S1. S1B0 et S1B1 semblent faire exception, mais il faut se rappeler que ces deux récoltes n'ont pas été faites dans les mêmes conditions climatiques que les suivantes. Pour S1H3, il est nécessaire de tenir compte, dans l'interprétation des résultats, du mauvais état sanitaire des feuilles à la récolte.

La persistance des feuilles basses sur la plante semble provoquer dans les feuilles supérieures (MT et HT) une modification des formes de réserves qui se traduit par une proportion plus forte de sucres solubles.

TABLEAU XXXIV

Variation du rapport $\frac{\textit{sucres solubles}}{\textit{glucides totaux}}$ *à la récolte en fonction de la maturité*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Sucres solubles	Glucides totaux	Sucres solubles % glucides totaux		Sucres solubles	Glucides totaux	Sucres solubles % glucides totaux
S1B0	8,6	43,7	20				
S1B1	8,8	44,1	20	S2B1	8,7	40,0	22
S1B2	7,2	42,3	17	S2B2	11,7	44,1	26
S1B3	7,3	39,1	19	S2B3	12,7	45,3	28
S1B4	7,8	39,7	20	S2B4	13,3	46,3	29
S1B5	8,7	40,0	22	S2B5	12,9	46,1	28
S1M1	4,9	39,7	12	S2M1	8,0	45,2	18
S1M2	5,1	38,3	13	S2M2	8,3	43,9	19
S1M3	6,5	37,5	17	S2M3	8,2	44,2	18
S1H1	2,4	34,0	7	S2H1	3,7	40,5	9
S1H2	4,6	31,0	15	S2H2	3,8	35,4	11
S1H3	2,5	28,2	9	S2H3	4,1	37,1	11
S1MT	8,3	40,4	20	S2MT	9,6	46,0	21
S1HT	5,5	36,9	15	S2HT	6,9	43,4	16

VARIATION AU COURS DE LA DESSICCATION

1. Sucres totaux.

L'amidon disparaît en totalité dès les premiers jours de la dessiccation. Il n'en subsiste plus au moment du jaunissement. A ce stade, les sucres totaux du tabac ne sont plus représentés que par les sucres solubles. Le graphique XVI montre la variation des sucres totaux observée en cours de séchage pour des médianes de S2 récoltées à époque normale.

Cependant, malgré la solubilisation totale de l'amidon, on constate toujours au jaunissement une diminution de la teneur en sucres solubles totaux (tableau XXXV) ; la quantité de sucres

TABLEAU XXXV

Variation des sucres totaux au cours du séchage et de la fermentation
(Résultats exprimés en glucose)

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte (*a*)	17,4	14,4	9,3	17,4	14,4	9,3			
Jaunissement	5,3	4,5	1,4	4,4	3,9	1,2			
Brunissement	3,1	2,4	1,4	2,4	2,0	1,2			
Dépente	1,0	1,1	0,8	0,7	0,9	0,7			
Avant fermentation	0,9	1,0	0,8	0,6	0,8	0,7			
Avant fermentation	0,9	0,9	0,8	0,6	0,7	0,7	0,9	0,9	0,8
Sortie des chambres FA	0,9	0,8	0,8	0,6	0,6	0,7	0,9	0,8	0,8
Emballage après FA	0,9	0,9	0,8	0,6	0,7	0,7	0,9	0,9	0,8
Premier retournement en FN	0,9	0,8	0,9	0,6	0,6	0,8	0,9	0,8	0,9
Deuxième retournement en FN	0,8	0,8	0,9	0,6	0,6	0,8	0,8	0,8	0,9
Emballage après FN	0,6	0,6	0,7	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5	0,6
Avant fermentation	0,9	1,0	1,0	0,6	0,8	0,8	0,9	1,0	1,0
Emballage après FA	0,8	0,8	0,9	0,6	0,6	0,8	0,8	0,8	0,9
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,7	0,6	0,6	0,5	0,4	0,5	0,7	0,5	0,6
Emballage après FN	0,6	0,6	0,7	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5	0,6
Tabacs ferm. nat. ap. sockage	0,6	0,6	0,6	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte (*a*)	14,0	16,4	8,8	14,0	16,4	8,8			
Jaunissement	5,6	9,1	2,2	4,8	8,0	2,0			
Brunissement	2,5	2,8	1,5	2,0	2,3	1,3			
Dépente	0,8	0,9	1,0	0,6	0,7	0,8			
Avant fermentation	0,6	0,7	0,7	0,4	0,5	0,6			
Avant fermentation	0,6	0,7	0,8	0,4	0,5	0,7	0,6	0,7	0,8
Sortie des chambres FA	0,6	0,6	0,7	0,4	0,4	0 6	0,6	0,6	0,7
Emballage après FA	0,6	0,6	0,6	0,4	0,4	0,5	0,6	0,6	0,6
Premier retournement en FN	0,6	0,5	0,7	0,4	0,4	0,6	0,6	0,5	0,7
Deuxième retournement en FN	0,5	0,5	0,6	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5	0,6
Emballage après FN	0,5	0,5	0,6	0,4	0,3	0,4	0,5	0,5	0,5
Avant fermentation	0,5	0,6	0,7	0,4	0,5	0,6	0,5	0,6	0,7
Emballage après FA	0,6	0,5	0,6	0,4	0,4	0,5	0,6	0,5	0,6
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,6	0,5	0.5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5	0,5
Emballage après FN	0,5	0,4	0,6	0,4	0,3	0,5	0,6	0,4	0,6
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,5	0,5	0,5	0,3	0,3	0,4	0,5	0,5	0,5

(*a*) S1B contenait à la récolte 5 % de sucres réducteurs, 2 % de non réducteurs, 10,4 % d'amidon.

S1M contenait à la récolte 4,7 % de sucres réducteurs, 2,6 % de non réducteurs, 7,1 % d'amidon.

S1H contenait à la récolte 2,4 % de sucres réducteurs, 3,4 % de non réducteurs, 3,5 % d'amidon.

S2B contenait à la récolte 8,6 % de sucres réducteurs, 1,7 % de non réducteurs, 3,7 % d'amidon.

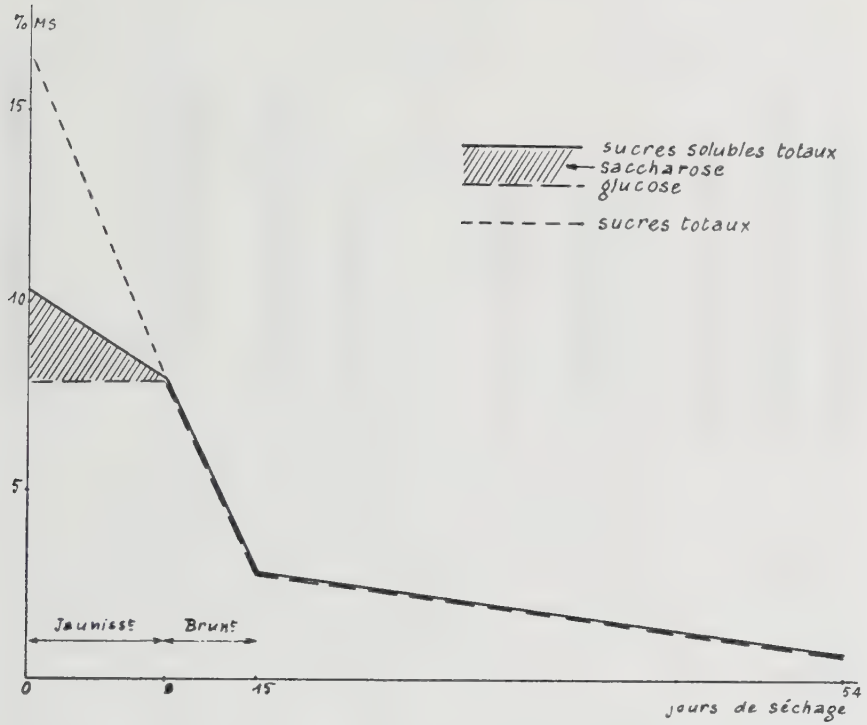
S2M contenait à la récolte 7,8 % de sucres réducteurs, 2,5 % de non réducteurs, 6,1 % d'amidon.

S2H contenait à la récolte 2,5 % de sucres réducteurs, 1,1 % de non réducteurs, 5,2 % d'amidon.

L'amidon disparaît dès les premiers jours du séchage, il n'en subsiste plus au jaunissement.

GRAPHIQUE XVI

Variation des sucres totaux au cours du séchage
(Feuilles médianes de S2)



solubles non réducteurs est devenue négligeable et les sucres réducteurs paraissent en général n'avoir diminué qu'assez peu ; on observe même une légère augmentation du pouvoir réducteur en S2M (1).

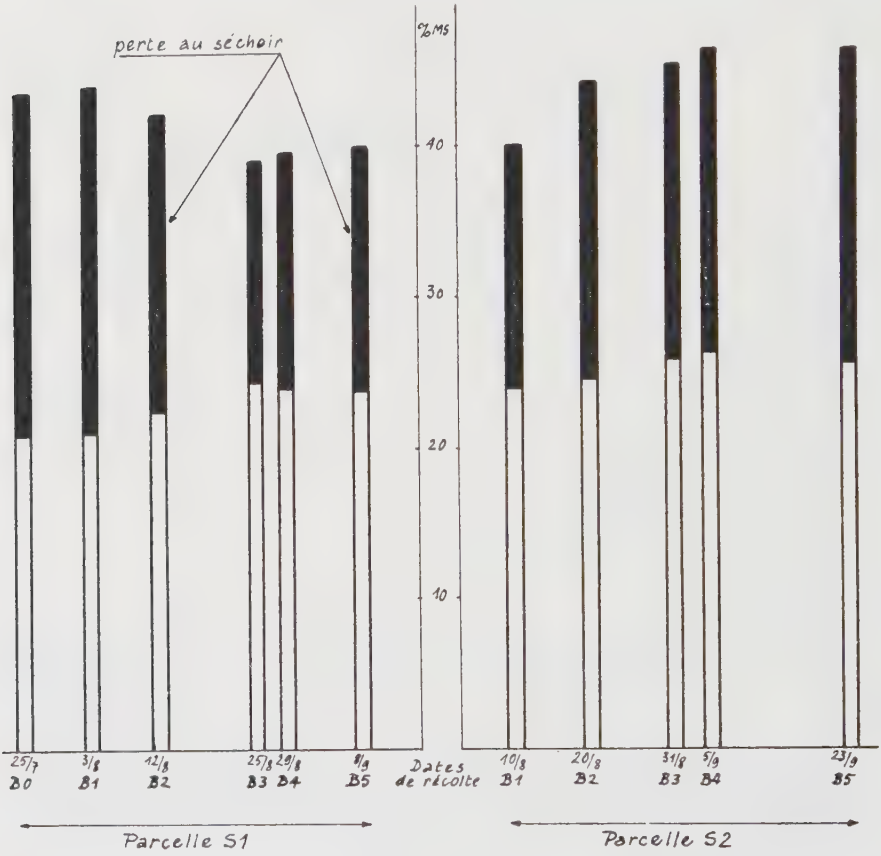
Pendant la phase de brunissement la teneur en sucres solubles du Paraguay diminue encore, puis la variation est plus lente pendant la phase de réduction des nervures.

Les teneurs à la dépente sont très faibles, en général inférieures à 1 %. Alors qu'en S1 le taux de sucres en fin de séchage ne varie pratiquement pas en fonction de la date de cueillette (tableau XXIX, page 93), il semble au contraire pour S2 être un peu plus élevé pour les récoltes les plus tardives.

(1) Le tableau XXXV et tous ceux qui se rapportent à la variation d'un constituant au cours du séchage et de la fermentation, ont été établis à partir des résultats obtenus sur des feuilles des trois étages foliaires récoltées à époque normale (tableau I).

GRAPHIQUE XVII

Variation des glucides totaux à la récolte et après séchage en fonction de la maturité (Feuilles basses)



La perte au cours de la dessiccation représente environ 95 % de la quantité de sucres totaux présents dans les feuilles au moment de la cueillette. C'est au début du séchage que la dégradation des glucides est la plus intense, alors que la feuille est encore vivante, qu'elle respire et que la forte teneur en eau y entretient les processus vitaux. Tout l'amidon disparu est vraisemblablement hydrolysé en glucose ; il est probable cependant que d'autres glucides puissent participer à la formation de ce dernier.

De nombreux auteurs ont signalé cette rapide diminution des glucides après la récolte ; tous sont d'accord pour en rendre res-

ponsables les phénomènes respiratoires. Jensen (1952) et Vickery et Meiss (1953) l'ont observée sur des tabacs pour capes de cigares séchés à l'air ; Frey-Wissling (1950) constate une diminution de 75 % des sucres chez le Burley cultivé en Suisse et séché à l'air.

Les quantités de sucres subsistant à la fin du séchage sont fonction du type de tabac et du mode de séchage. Les conditions de séchage doivent également intervenir. Chez les tabacs séchés à l'air chaud, Garner (1947) signale des teneurs résiduelles très importantes (de l'ordre de 5 % d'amidon et 25 % de sucres solubles). Pour les tabacs d'Orient, Bernardini (1946) et Sunjic (1955) constatent des différences dans les taux à la fin de la dessiccation suivant que le tabac a été séché au soleil (sun-curing) ou à l'air chaud (flue-curing) ; ce dernier procédé plus rapide permet de réaliser une économie des glucides. Gordienko et Mishareva (1958) trouvent que les sucres diminuent moins au cours du séchage en feuilles que pendant le traitement par plantes entières où les dégradations sont plus poussées.

La disparition pratiquement totale des sucres constatée pour le Paraguay a aussi été observée par Vickery et Meiss (1953) sur les tabacs du Connecticut cultivés sous toile et séchés à l'air. Ces auteurs estiment même que les sucres sont entièrement disparus et que la faible teneur résiduelle constatée peut fournir une évaluation sommaire des substances réductrices autres que les sucres et dosées en même temps que ceux-ci. Enfin Garner et ses collaborateurs (1914 et 1934) signalent que chez certains tabacs, on ne trouve souvent plus d'amidon dans les feuilles sèches, et que la teneur en glucides en fin de séchage peut être inférieure à 1 %, ce qui se trouve vérifié dans le cas présent.

2. Cellulose.

La variété des méthodes de dosage utilisées par les différents auteurs ne permet pas de références sûres. Frey-Wissling (1950) constate dans le Burley séché à l'air une diminution de 25 % de la cellulose présente dans les feuilles au moment de la récolte. Frankenburg (1946) indique une perte modérée des fibres brutes au cours de la dessiccation ; Garner, Bacon et Foubert (1914) affirment que la teneur en fibres brutes demeure constante ; Bacon, Wenger et Bullock (1952) précisent que la cellulose ne varie pas pendant le flue-curing. Vickery et Meiss (1953) sont du même avis pour le tabac du Connecticut séché à l'air.

Tableau XXXVI

Variation de la cellulose au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	12,5	11,8	11,4	12,5	11,8	11,4			
Jaunissement	14,0	13,2	12,2	11,6	11,3	10,7			
Brunissement	14,8	14,0	12,2	11,6	11,6	10,6			
Dépente	16,0	14,7	12,2	11,8	11,6	10,5			
Avant fermentation	16,3	15,0	12,7	11,7	11,8	10,8			
Avant fermentation	15,8	14,9	12,9	11,3	11,7	11,0	15,8	14,9	12,9
Sortie des chambres FA	15,4	14,5	12,5	10,9	11,5	10,6	15,3	14,6	12,5
Emballage après FA	15,4	14,5	12,5	10,9	11,5	10,6	15,2	14,6	12,4
Premier retournement en FN.	15,9	14,6	12,4	11,2	11,3	10,5	15,6	14,4	12,4
Deuxième retournement en FN	15,8	14,6	12,5	11,2	11,3	10,5	15,7	14,4	12,4
Emballage après FN	16,3	15,7	13,1	10,7	11,0	10,2	14,9	14,0	11,9
Avant fermentation	16,2	14,6	12,6	11,6	11,5	10,7	16,2	14,6	12,6
Emballage après FA	15,7	14,6	12,5	11,2	11,3	10,7	15,6	14,4	12,6
Tabacs ferm. art. ap. stockage	17,3	15,7	13,5	11,8	11,3	10,7	16,5	14,3	12,6
Emballage après FN	16,7	15,4	13,5	11,0	10,8	10,4	15,3	13,7	12,3
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	18,0	15,8	14,0	11,8	11,0	10,7	16,4	13,9	12,6

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	14,0	13,3	12,3	14,0	13,3	12,3			
Jaunissement	15,2	14,2	13,0	13,1	12,4	11,7			
Brunissement	16,2	14,7	13,5	12,9	12,0	11,6			
Dépente	16,5	16,6	13,8	12,7	12,6	11,6			
Avant fermentation	18,0	17,1	14,4	13,3	12,8	11,7			
Avant fermentation	18,0	16,9	14,3	13,4	12,6	11,7	18,0	16,9	14,3
Sortie des chambres FA	18,2	16,3	14,1	13,1	12,1	11,4	17,9	16,3	14,0
Emballage après FA	17,3	16,5	14,5	12,6	12,2	11,6	17,1	16,2	14,2
Premier retournement en FN.	17,4	16,9	14,3	12,7	12,3	11,6	17,2	16,8	14,2
Deuxième retournement en FN	17,6	16,3	14,4	12,5	11,9	11,5	17,2	16,0	14,1
Emballage après FN	18,4	17,6	15,3	13,1	12,2	11,5	17,6	16,3	14,1
Avant fermentation	18,1	17,1	14,4	13,4	12,8	11,8	18,1	17,1	14,4
Emballage après FA	18,1	17,1	14,2	13,5	12,7	11,6	18,0	17,0	14,2
Tabacs ferm. art. ap. stockage	18,7	17,5	15,1	13,7	12,4	11,9	18,4	16,6	14,6
Emballage après FN	18,5	17,1	15,3	13,0	11,8	11,6	17,6	15,7	14,2
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	19,5	18,4	16,0	13,6	12,4	12,0	18,3	16,7	14,7

TABLEAU XXXVII

Variation des pectines
au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	11,6	13,6	12,7	11,6	13,6	12,7			
Jaunissement	12,6	14,9	14,3	10,4	12,8	12,6			
Brunissement	13,4	15,1	14,1	10,5	12,5	12,3			
Dépente	13,5	15,4	13,8	10,0	12,2	11,8			
Avant fermentation	13,5	14,7	13,8	9,7	11,6	11,7			
Avant fermentation	13,5	14,4	13,1	9,7	11,3	11,1	13,5	14,4	13,1
Sortie des chambres FA	13,4	14,1	12,6	9,5	11,1	10,7	13,3	14,2	12,6
Emballage après FA	13,5	14,3	13,1	9,5	11,3	11,0	13,3	14,4	13,0
Premier retournement en FN.	13,2	14,9	12,8	9,3	11,5	10,8	13,0	14,7	12,8
Deuxième retournement en FN	12,8	14,8	12,5	9,0	11,5	10,5	12,6	14,6	12,4
Emballage après FN	12,6	14,1	12,0	8,3	9,9	9,3	11,6	12,5	11,0
Avant fermentation	13,0	14,3	13,0	9,3	11,3	11,0	13,0	14,3	13,0
Emballage après FA	12,0	14,5	12,3	8,5	11,3	10,5	11,9	14,4	12,3
Tabacs ferm. art. ap. stockage	12,4	14,0	12,9	8,5	10,1	10,3	11,8	12,8	12,1
Emballage après FN	12,6	13,3	11,9	8,3	9,3	9,2	11,6	11,8	10,9
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	12,5	13,6	12,9	8,2	9,4	9,8	11,4	12,0	11,6

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	12,7	13,8	13,8	12,7	13,8	13,8			
Jaunissement	14,3	13,9	13,5	12,3	12,1	12,2			
Brunissement	14,7	14,3	13,9	11,7	11,7	12,0			
Dépente	14,8	15,0	13,0	11,4	11,3	11,7			
Avant fermentation	14,6	15,2	13,7	10,8	11,5	11,2			
Avant fermentation	13,1	14,7	14,3	9,7	11,0	11,7	13,1	14,7	14,3
Sortie des chambres FA	12,7	14,0	14,2	9,3	10,4	11,5	12,5	14,0	14,1
Emballage après FA	12,8	13,6	13,8	9,4	10,1	11,0	12,7	13,6	13,5
Premier retournement en FN.	13,0	14,0	14,0	9,6	10,2	11,4	12,9	13,8	14,0
Deuxième retournement en FN	13,4	13,1	14,0	9,7	9,5	11,2	13,1	12,8	13,9
Emballage après FN	12,9	12,0	13,7	9,2	8,3	10,3	12,3	11,1	12,7
Avant fermentation	14,5	14,6	13,7	10,7	10,9	11,2	14,5	14,6	13,7
Emballage après FA	13,2	14,1	13,6	9,8	10,5	11,1	13,2	14,1	13,6
Tabacs ferm. art. ap. stockage	13,4	13,4	12,8	9,8	9,5	10,1	13,2	12,7	12,4
Emballage après FN	12,8	12,6	13,4	9,0	8,7	10,2	12,2	11,6	12,4
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	12,2	13,0	12,4	8,5	8,8	9,4	11,5	11,8	11,5

Les essais que j'ai effectués mettent en évidence une diminution systématique de la cellulose pendant la dessiccation. Les pertes constatées (tableau XXX et graphique XIII) sont sensiblement constantes pour les feuilles basses et médianes de S1 et les feuilles hautes de S2 (7 % environ) ; elles sont nettement plus faibles pour les médianes de S2, plus fortes pour les hautes de S1 et variables, quoiqu'en général assez élevées pour les basses de S2.

L'examen du tableau XXXVI permet de constater que la diminution de la cellulose se produit essentiellement pendant la phase de jaunissement, c'est-à-dire tout à fait au début du séchage.

Il convient de rappeler la non spécificité de la méthode de dosage employée pour déterminer la teneur en cellulose. Les remarques faites précédemment au sujet des variations nycthémérales de la teneur en amidon montrent qu'une certaine proportion des éléments dosés comme cellulose est susceptible de se modifier facilement. Il est possible que la cellulose diminue au cours du séchage et il est alors normal que les variations se produisent pendant les premiers jours qui suivent la mise à la pente. Cependant les observations faites dans le paragraphe précédent au sujet des pertes mentionnées au tableau XXX engagent à beaucoup de prudence dans l'interprétation des résultats : les grandes différences constatées laissent supposer que les éléments dosés sont plus ou moins stables et il semble que la dégradation en soit plus facile particulièrement chez les tabacs contenant peu d'amidon au moment de la récolte (feuilles hautes de S1 et feuilles basses de S2).

3. Pectines.

Comme le montrent les valeurs des tableaux XXXI et XXXVII, les matières pectiques diminuent au cours du séchage.

Les pertes constatées (tableau XXXI et graphique XIV) sont variables, mais il n'est guère possible d'en tirer des renseignements précisant l'influence de la maturité car le dosage de l'acide pectique ne donne pas des résultats très précis.

Les conditions ambiantes au cours du séchage ont probablement une influence sur la perte de substances pectiques constatée. Le lot S1B3, séché trop rapidement perd sensiblement moins que les autres feuilles basses de S1. Par contre, la diminution pour S2B5 et S2M3, qui ont séché lentement (chapitre III), est plus importante que celle des lots voisins (S2B4 et S2M2).

Il semble que la perte soit plus rapide au début de la dessiccation

(tableau XXXVII), mais qu'elle se poursuive néanmoins jusqu'à la dépente. Le graphique XVIII montre l'allure de la variation des matières pectiques au cours du séchage et de la fermentation pour les feuilles du lot S2M, récoltées à maturité technique.

Malgré la diversité des méthodes utilisées, les auteurs constatent en général une diminution des matières pectiques pendant le séchage. Frankenburg (1946) signale une perte modérée ; dans le tabac flue-cured, Bacon, Wenger et Bullock (1952) trouvent que l'acide pectinique passe de 11 % à 8,5 % pendant le séjour à la pente, Frey-Wissing (1950) sur Burley séché à l'air cite des diminutions variant de 5 à 20 % de la teneur initiale, ce qui correspond assez bien aux observations faites ici sur le Paraguay. Eberle (1950) trouve que les transformations des pectines dues au séchage sont plus fortes dans les feuilles non mûres et il en déduit qu'il n'y a pas forcément de différences quantitatives dans les matières pectiques des feuilles à la récolte, mais plutôt des différences qualitatives en fonction de la maturité.

4. Glucides totaux.

Comme on l'a vu précédemment, les divers constituants glucidiques sont vraisemblablement interdépendants, tout au moins au moment de la récolte, et il est par conséquent intéressant de suivre l'évolution de cet ensemble au séchoir en fonction de la maturité.

Le tableau XXXII montre que les pertes en glucides totaux sont généralement plus faibles pour les tabacs les plus mûrs. Dans les feuilles basses de la parcelle S2, on constate des pertes relatives constantes (43-15 %) sauf pour S2B1 (graphique XVII). Le comportement aberrant des médianes de S2 peut vraisemblablement s'expliquer de la façon suivante : les feuilles de S2M3 ont séché très lentement (chapitre III), la perte d'eau pendant le jaunissement a été faible (graphique VIII), et il est possible que les réactions cataboliques se soient anormalement prolongées pendant le brunissement, aux dépens des réserves glucidiques.

La plus grande partie de la perte est due à la disparition de l'amidon et des sucres solubles. On remarque cependant pour les basses de S2 (à l'exception de S2B1), que les pertes en cellulose et pectines équilibrent pratiquement les différences constatées au tableau XXIX (amidon + sucres solubles) entre les diverses récoltes (page 93).

Il est curieux de constater le parallélisme entre les chiffres relatifs à la perte de matière sèche au séchoir (tableau XI) et les pertes en glucides totaux exprimées en % de la matière sèche initiale (tableau XXXII). A deux exceptions près (S2B1 et S2H3), ces deux variables évoluent de façon comparable en fonction de la maturité. Il faut noter pour S1B3 une perte en glucides relativement faible qui explique en partie la variation anormale de la matière sèche constatée après séchage pour ce lot ; les pectines en particulier présentent un comportement anormal (tableau XXXI), la perte en % de la teneur initiale n'est ici que de 9 % alors qu'elle atteint ou dépasse 15 % pour les autres récoltes de feuilles basses en S1 ; la déshydratation rapide constatée pour S1B3 au début du séchage (graphique VIII) est sans doute la cause de son comportement aberrant.

On est donc amené à supposer que ce sont les glucides qui sont en grande partie responsables de la perte de matière sèche pendant le séchage et que tous les facteurs qui sont susceptibles de modifier la teneur initiale en sucres des feuilles de tabac contribueront à modifier la perte de matière au cours de la dessiccation.

VARIATION AU COURS DE LA FERMENTATION

1. Sucres totaux.

De nombreux auteurs ont étudié les variations subies par les sucres au cours de la fermentation. Dans le cas du Paraguay les transformations ne peuvent être quantitativement importantes, étant donné la faible teneur initiale (inférieure à 1 % dans la plupart des cas). Cependant le tableau XXXV permet de constater une diminution faible, mais assez nette, au cours de la fermentation naturelle, entre le second retournement et le démontage des bancs. Un résultat comparable est obtenu pour les tabacs fermentés artificiellement, après quelques mois de stockage en balles définitives.

La diminution des sucres provoquée par la fermentation est en général constatée par tous les auteurs et pour toutes les variétés.

Spondr (1957) signale une diminution de 60 % des sucres au cours de la fermentation des tabacs tchèques. Zaporojanu constate en 1940, pour les tabacs roumains Satmarean et Molovata, des diminutions variables mais faibles en général, car la fermentation

pour ces tabacs est peu active ; Trifu, Mihailovici et Dimofte (1949) trouvent que la fermentation à température élevée garde intacts les sucres des tabacs d'Orient. Giovannozzi affirme en 1955, pour la variété Herzégovine, que les principales transformations au cours de la fermentation se produisent aux dépens des sucres réducteurs, et qu'elles sont plus importantes en fermentation artificielle qu'en naturelle. Par contre Pyriki (1954), étudiant les tabacs allemands, observe que les sucres sont moins bien conservés dans la fermentation en masses que dans la fermentation en chambres chaudes. Enfin Petrenko et D'Jachkin (1958) trouvent pour le makhorka une diminution des substances réductrices totales pendant la fermentation naturelle, de même que Kanai et Kobata (1957) et Onishi (1958), pour le tabac japonais « Nambu » traité en masse.

Lorsqu'il subsiste de l'amidon en fin de séchage, il disparaît en partie au cours de la fermentation ou du vieillissement, c'est ce qui se passe en particulier pour les tabacs flue-cured.

2. Cellulose.

Si on compare les teneurs avant fermentation et après fermentation naturelle (Emballage après FN, tableau XXXVI), il semble qu'on puisse constater une légère diminution. Cependant on observe en général par la suite, au cours du stockage des tabacs fermentés naturellement, une augmentation telle que les teneurs initiales et finales (compte tenu de la variation de matière sèche), sont très voisines.

Les variations observées dans les tabacs soumis à la fermentation artificielle sont plus faibles, mais on note également une augmentation de la teneur au cours du stockage, assez faible pour S2B et S2H, plus forte pour S1B.

Il faut remarquer que les valeurs trouvées après stockage pour les tabacs fermentés naturellement et artificiellement sont très voisines, ce qui laisse supposer que les phénomènes relatifs à la cellulose et provoqués par la fermentation sont sans doute les mêmes quel que soit le mode de traitement.

Au cours de la conservation avant la mise en fermentation, on note aussi en général une certaine augmentation de la cellulose (tableau XXXVI).

Ces augmentations constatées pendant les périodes de stockage

ne sont probablement qu'apparentes, mais il est actuellement difficile de les expliquer : la non spécificité de la méthode de dosage utilisée peut en être responsable tout au moins en partie, cependant il faut envisager la possibilité d'une formation, à partir de constituants plus complexes, de certains composés dosés comme cellulose ; une étude ultérieure pourrait être entreprise pour tenter d'expliquer ce phénomène. Bien que les différences mentionnées soient faibles, la bonne reproductibilité observée pour les dosages en répétition laisse supposer qu'elles correspondent à des modifications réelles.

Il existe peu de travaux concernant la variation de la cellulose pendant la fermentation. Kanai et Kobata (1957) signalent que ce constituant ne varie pas au cours du traitement en masses du tabac japonais « Nambu » pour capes de cigares. Vickery et Meiss (1953) arrivent à la même conclusion pour le tabac du Connecticut cultivé sous toile. Toutefois l'examen des chiffres cités par ces derniers auteurs comme teneurs en fibres brutes (crude fiber) et donnant la variation pendant la fermentation semblent confirmer les observations faites ici sur le Paraguay : en effet les valeurs trouvées après fermentation et stockage (7,37 et 7,43 g par kilog de poids frais) sont plus élevées que celles déterminées avant fermentation (7,11) et en cours de traitement (6,98-6,91-7,01-7,09-7,18-6,96). Après un stockage prolongé (quinze mois environ après la mise en fermentation), la teneur en fibres brutes était sensiblement plus faible, 7,17 g par kilog de poids frais, et voisine de celle avant fermentation (7,11).

3. Pectines.

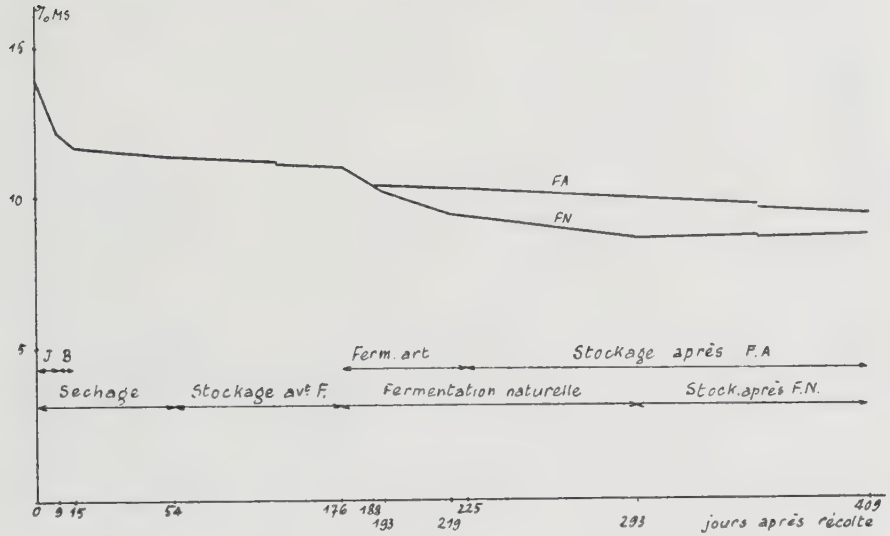
Les matières pectiques diminuent pendant toute la durée de la dessiccation. Cette évolution continue dans le même sens pendant la conservation avant la mise en fermentation, et pendant la fermentation (tableau XXXVII).

Dans le traitement en masses, la perte se produit depuis le montage des bancs jusqu'à la fin de la fermentation (graphique XVIII). La plus forte diminution se situe entre le second retournement et l'emballage ; les phénomènes de dégradation ne sont pourtant pas plus actifs pendant cette période (graphique II), mais cette phase est nettement plus longue que les autres.

En fermentation artificielle on constate en général une faible diminution pendant la phase active, puis la variation est ralentie durant le séjour en bancs de refroidissement.

GRAPHIQUE XVIII

Variation des matières pectiques pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)

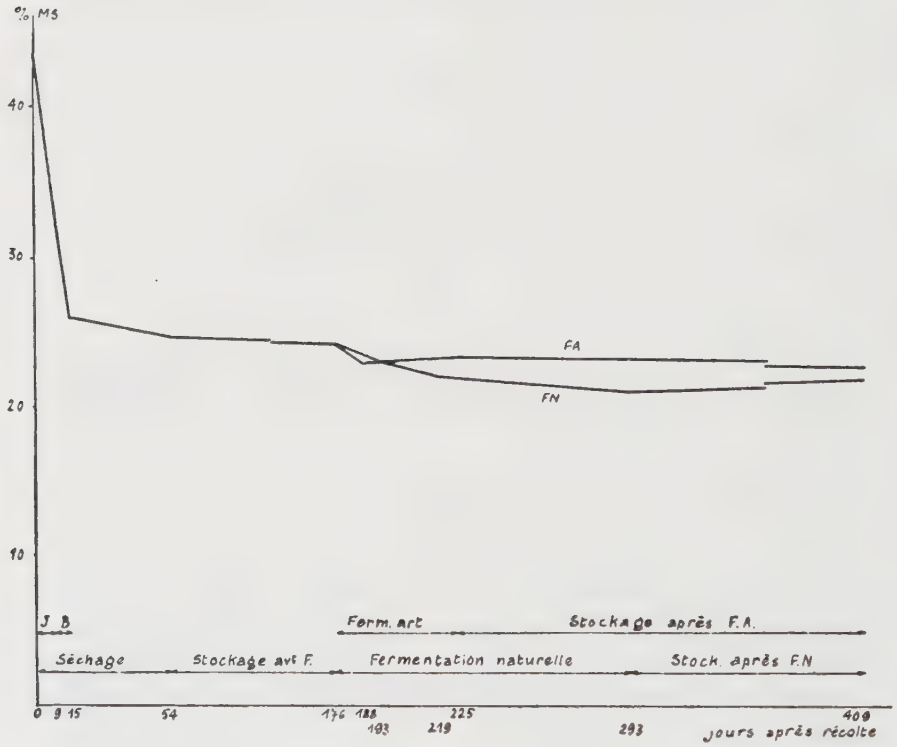


Au cours du stockage après emballage définitif des tabacs fermentés naturellement, la teneur en matières pectiques demeure stable ; au contraire on constate pour les tabacs fermentés en chambre une diminution importante des pectines à ce stade (graphique XVIII). Néanmoins, à la fin de la période de stockage envisagée dans cet essai, la teneur en pectines des tabacs fermentés artificiellement est plus forte que celle des produits de la fermentation naturelle.

Il est vraisemblable que la diminution des substances pectiques correspond à la production de sucres réducteurs, bien que ce point de vue n'ait pas été étudié dans le présent travail. Neuberg (1927) suppose que les pectines peuvent aussi donner, au cours de la fermentation, des substances plus riches en carbone (par exemple lignine ou pectines à poids moléculaire plus élevé) : cette transformation pourrait expliquer la perte d'élasticité du tabac fermenté. Les matières pectiques doivent probablement avoir une influence sur les propriétés physiques des feuilles de tabac : élasticité, hygroscopicité. Dans le cas du Paraguay, on observe généralement que les tabacs fermentés artificiellement sont plus hygroscopiques que

GRAPHIQUE XIX

Variation des glucides totaux
pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)



les tabacs traités en bancs ; or ils contiennent effectivement davantage de pectines que ces derniers après le traitement.

La diminution des pectines au cours de la fermentation a été constatée également par KANAI et KOBATA (1957) et ONISHI (1958) sur le tabac japonais « Nambu » et par PETRENKO et D'JACHKIN (1958) sur le makhorka ; ces deux tabacs subissent la fermentation naturelle en bancs.

4. GLUCIDES TOTAUX.

Le tableau XXXVIII donne la variation de la somme :

amidon + sucres solubles + cellulose + pectines

au cours du séchage et de la fermentation pour les feuilles des trois étages foliaires des parcelles S1 et S2 récoltées à époque normale.

TABLEAU XXXVIII

Variation des glucides totaux au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	41,5	39,8	33,4	41,5	39,8	33,4			
Jaunissement	31,9	32,6	27,9	26,4	28,0	24,5			
Brunissement	31,3	31,5	27,7	24,5	26,1	24,1			
Dépente	30,5	31,2	26,8	22,5	24,7	23,0			
Avant fermentation	30,7	30,7	27,3	22,0	24,2	23,2			
Avant fermentation	30,2	30,2	26,8	21,6	23,7	22,8	30,2	30,2	26,8
Sortie des chambres FA	29,7	29,4	25,9	21,0	23,2	22,0	29,5	29,6	25,9
Emballage après FA	29,8	29,7	26,4	21,0	23,5	22,3	29,4	29,9	26,2
Premier retournement en FN.	30,0	30,3	26,1	21,1	23,4	22,1	29,5	29,9	26,1
Deuxième retournement en FN	29,4	30,2	25,9	20,8	23,4	21,8	29,1	29,8	25,7
Emballage après FN	29,5	30,4	25,8	19,4	21,3	20,0	27,0	27,0	23,5
Avant fermentation	30,1	29,9	26,6	21,5	23,6	22,5	30,1	29,9	26,6
Emballage après FA	28,5	29,9	25,8	20,3	23,2	22,0	28,3	29,6	25,8
Tabacs ferm. art. ap. stockage	30,4	30,3	27,0	20,8	21,8	21,5	29,0	27,6	25,3
Emballage après FN	29,9	29,3	26,1	19,7	20,5	20,1	27,4	26,0	23,8
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	31,1	30,0	27,5	20,4	20,8	20,9	28,3	26,4	24,7

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	40,7	43,5	34,9	40,7	43,5	34,9			
Jaunissement	35,1	37,2	28,7	30,2	32,5	25,9			
Brunissement	33,4	31,8	28,9	26,6	26,0	24,9			
Dépente	32,1	32,5	28,7	24,7	24,6	24,1			
Avant fermentation	33,2	33,0	28,8	24,5	24,6	23,5			
Avant fermentation	31,7	32,3	29,4	23,5	24,1	24,1	31,7	32,3	29,4
Sortie des chambres FA	31,5	30,9	29 0	22 8	22,9	23,5	31,0	30,9	28,8
Emballage après FA	30,7	30,7	28,9	22,4	22,7	23,1	30,4	30,4	28,3
Premier retournement en FN.	31,0	31,4	29,0	22,7	22,9	23,6	30,7	31,1	28,9
Deuxième retournement en FN	31,5	29,9	29,0	22,6	21,8	23,2	30,8	29,3	28,6
Emballage après FN	31,8	30,1	29,6	22,7	20,8	22,2	30,4	27,9	27,3
Avant fermentation	33,1	32,3	28,8	24,5	24,2	23,6	33,1	32,3	28,8
Emballage après FA	31,9	31,7	28,4	22,7	23,6	23,2	31,8	31,6	28,4
Tabacs ferm. art. ap. stockage	32,7	31,4	28,4	22,7	22,3	22,4	32,1	29,8	27,5
Emballage après FN	31,8	30,1	29,3	22,4	20,8	22,3	30,4	27,7	27,2
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	32,2	31,9	28,9	22,4	21,5	21,8	30,3	29,0	26,7

L'examen de ces résultats montre que la variation se produit pendant le séchage, particulièrement au début, et que les diminutions constatées ensuite pendant les opérations de fermentation sont relativement faibles.

C'est au cours de la fermentation naturelle que se produisent les diminutions les plus sensibles notamment entre le deuxième retournement et le démontage des bancs en vue de l'emballage définitif.

Les valeurs en fin de stockage sont en général un peu plus fortes (compte tenu de la variation de matière sèche) pour les tabacs fermentés artificiellement ; si on exprime les résultats en % de la matière sèche actuelle, les taux finaux sont sensiblement voisins quel que soit le mode de fermentation.

Le graphique XIX montre l'allure de la variation des glucides totaux au cours du séchage et de la fermentation, pour des feuilles médianes récoltées à époque normale (S2M).

Contrairement à ce qui a été noté pour la dessiccation, il semble que les réserves glucidiques ne soient pas, en fermentation, essentiellement responsables de la perte de matière sèche. Les diminutions qu'elles subissent, calculées en % de la matière sèche initiale, sont en général inférieures à la moitié de la perte de matière sèche (tableaux XXI et XXII).

Il est impossible d'envisager une comparaison fine entre les pertes de matière sèche constatées aux différentes étapes du traitement et les pertes correspondantes en glucides. Les valeurs trouvées sont en général faibles et il est possible que l'erreur sur la détermination soit assez forte puisque les chiffres cités sont la somme de plusieurs résultats analytiques.

DISCUSSION

Bien que l'amidon et les sucres solubles ne représentent dans le tabac matière première qu'une faible portion de la matière sèche des feuilles, l'importance des transformations observées au cours du séchage montre l'intérêt d'une étude approfondie de ces constituants.

La disparition pratiquement totale des sucres est responsable pour une bonne part de la perte de matière sèche. Les feuilles hautes, qui contiennent en général moins de glucides que les

feuilles des étages inférieurs, ont aussi au cours de la dessiccation une perte de matière sèche moins importante.

On considère d'ordinaire comme un facteur positif du séchage des tabacs noirs la disparition quasi totale des sucres. La combustion de ceux-ci fournit vraisemblablement l'énergie nécessitée par certains processus métaboliques ; on ne saurait donc négliger l'influence des façons culturales (fumure, arrosage) qui sont susceptibles de modifier les proportions des corps en présence.

Dans beaucoup de tabacs étrangers pour cigarettes, les sucres sont considérés comme un facteur organoleptique de qualité ; il en serait peut-être de même pour le Paraguay. Cependant on rend en général les sucres responsables des moisissures après la dépente, mais ce problème est également un problème de conditionnement. Les taux d'humidité auxquels les tabacs français sont livrés sont très élevés, et par conséquent favorables au développement des microorganismes ; ils constituent en outre pour le technicien une difficulté supplémentaire dans l'assainissement et la stabilisation (cf chapitre III). Il est vraisemblable qu'une modification des techniques actuelles pourrait permettre, tout au moins au point de vue expérimental (1), la production de tabac Paraguay sain, stabilisé, et contenant néanmoins des quantités résiduelles de sucres plus élevées.

(1) Il faudrait sans doute envisager un procédé de séchage différent de celui pratiqué habituellement en France.

CHAPITRE V

CONSTITUANTS AZOTES

Les méthodes appliquées pour l'étude de la variation des constituants azotés ne permettent pas les mêmes appréciations quantitatives de leur influence sur la perte de matière sèche que celles se rapportant aux glucides.

L'azote aminé n'a pas été étudié sur les tabacs de la campagne 1960 qui font l'objet de ce travail. Une étude qualitative, par chromatographie sur papier, avait été faite pour le Paraguay en 1958 et 1959. Les renseignements obtenus seront rapportés à la fin de ce chapitre.

TENEURS A LA RÉCOLTE

1. Azote total.

La teneur en azote total à la récolte varie avec la date de cueillette. Elle est plus faible lorsque les tabacs sont récoltés plus mûrs (tableau XXXIX).

Cette diminution de l'azote total en fonction de l'âge des feuilles est particulièrement nette pour les basses et les médianes de la parcelle S2. Les feuilles du lot S2B1, récoltées le 10 août, contiennent deux fois plus d'azote que celles du lot S2B5, cueillies le 23 septembre (graphique XX).

L'évolution est un peu moins nette chez les feuilles basses de la parcelle S1 où pour les récoltes extrêmes, faites le 25 juillet et le 8 septembre, on trouve respectivement des teneurs en azote de 2,11 et 1,69 % de la matière sèche. L'augmentation constatée entre S1B1 et S1B2 est probablement liée aux conditions atmosphériques : le mois de juillet 1960 avait été froid et sec, mais des

TABLEAU XXXIX

Évolution de l'azote total au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	2,11	2,83	2,00	5,5	—	—	—	—	—
S1B1	1,78	2,39	1,68	5,5	S2B1	2,68	3,11	2,32	13,5
S1B2	2,03	2,66	1,98	2,5	S2B2	2,12	2,47	1,85	13,0
S1B3	1,89	2,26	1,86	1,5	S2B3	1,73	2,13	1,63	6,0
S1B4	1,74	2,14	1,65	5,0	S2B4	1,66	2,04	1,57	5,5
S1B5	1,69	1,95	1,54	9,0	S2B5	1,35	1,83	1,38	—
S1M1	2,74	3,31	2,45	10,5	S2M1	2,47	3,09	2,26	8,5
S1M2	2,79	3,02	2,42	13,0	S2M2	2,08	2,66	1,96	6,0
S1M3	2,28	2,76	2,22	2,5	S2M3	1,64	2,22	1,61	2,0
S1H1	3,30	3,52	2,99	9,5	S2H1	2,50	3,30	2,34	6,5
S1H2	3 18	3,52	3,07	3,5	S2H2	2,38	2,82	2,32	2,5
S1H3	3,16	3,28	2,88	9,0	S2H3	2,23	2,38	1,99	11,0
S1MT	2,24	2,78	2,16	3,5	S2MT	2,00	2,42	1,74	13,0
S1HT	2,76	3,02	2,46	11,0	S2HT	2,44	2,98	2,16	11,5

TABLEAU XL

Poids d'azote total par feuille au moment de la récolte (en grammes)

	Poids azote total		Poids azote total		Poids azote total		Poids azote total
S1B0	0,129	S1M1	0,189			S2M1	0,181
S1B1	0,110	S1M2	0,206	S2B1	0,151	S2M2	0,159
S1B2	0,134	S1M3	0,196	S2B2	0,131	S2M3	0,152
S1B3	0,129	S1H1	0,223	S2B3	0,103	S2H1	0,201
S1B4	0,120	S1H2	0,260	S2B4	0,101	S2H2	0,203
S1B5	0,127	S1H3	0,285	S2B5	0,094	S2H3	0,196
		S1MT	0,168			S2MT	0,160
		S1HT	0,192			S2HT	0,203

précipitations importantes eurent lieu après la date de récolte des feuilles de S1B1 (3 août), permettant sans doute une assimilation supplémentaire d'azote (graphique XX). La teneur en S1M2 (récolté le 26 août : 2,79 %) est comparable à celle trouvée pour S1M1 (récolté le 13 août : 2,74 %) ; ceci peut s'expliquer par le fait que les feuilles de S1M1 ont été cueillies presque en même temps que les basses, tandis que les médianes du lot S1M2 sont restées un certain temps (14 jours) sur la plante après le ramassage des feuilles basses.

Chouteau (1957) avait déjà constaté cette diminution de l'azote total en fonction du vieillissement des feuilles de Paraguay.

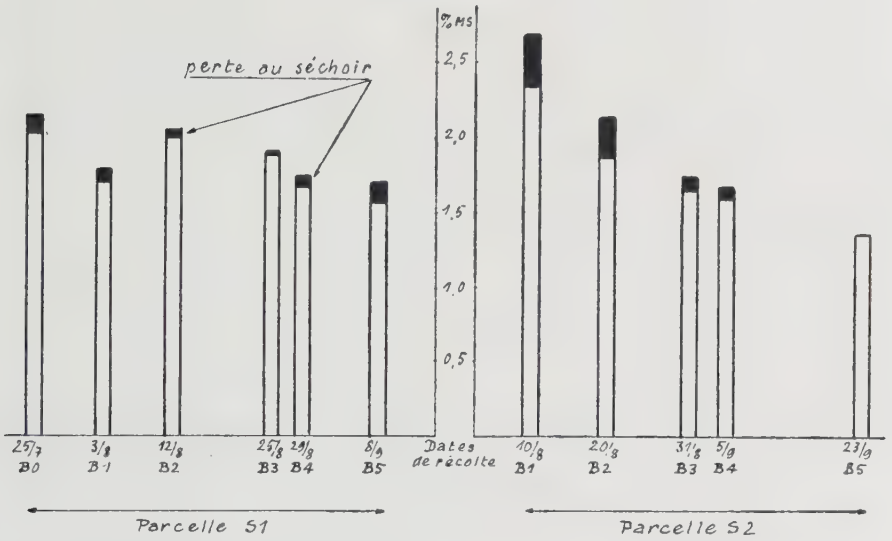
Lorsque toutes les feuilles persistent sur la plante (lots B4, MT et HT pour les deux parcelles S1 et S2), on observe une augmentation de la teneur en azote total des feuilles basses aux feuilles hautes. Cette constatation a été faite par de nombreux auteurs et pour des tabacs différents : McMurtrey (1942) sur Maryland, Vaitzman (1936) sur tabac belge, Chouteau (1956) sur Paraguay. Cependant Bruckner (1936) et Schmuck (1930) travaillant sur des tabacs d'Orient non écimés trouvèrent que la teneur maxima en azote se rencontre souvent dans les feuilles situées un peu au-dessous du sommet de la plante ; les tabacs étudiés par ces derniers auteurs portent généralement un assez grand nombre de feuilles et le nombre des récoltes est plus élevé que dans le cas des variétés citées précédemment. Il est possible qu'une étude feuille à feuille du Paraguay conduise aux mêmes conclusions.

Les poids d'azote par feuille au moment de la récolte sont reportés au tableau XL et le graphique XXI en représente la variation. En ce qui concerne cette nouvelle variable, le comportement des tabacs est assez homogène à l'intérieur d'une même parcelle, quel que soit l'étage foliaire. Par contre des différences importantes existent entre les deux parcelles.

En S1, la quantité d'azote par feuille varie peu en fonction de la maturité. Pour les feuilles basses, on constate une diminution assez nette entre S1B0 et S1B1 ; on peut supposer qu'il s'agissait là réellement d'un phénomène de maturation : le temps était sec et il est possible que les matières azotées des feuilles basses aient été redistribuées vers les autres parties de la plante. L'augmentation, nette également entre S1B1 et S1B2 est sans doute due à une assimilation nouvelle d'azote à la faveur des pluies ; c'est là un

GRAPHIQUE XX

Variation de l'azote total à la récolte et après séchage en fonction de la maturité (Feuilles basses)



phénomène connu qui s'accompagne généralement d'un reverdissement des plantes sur le terrain.

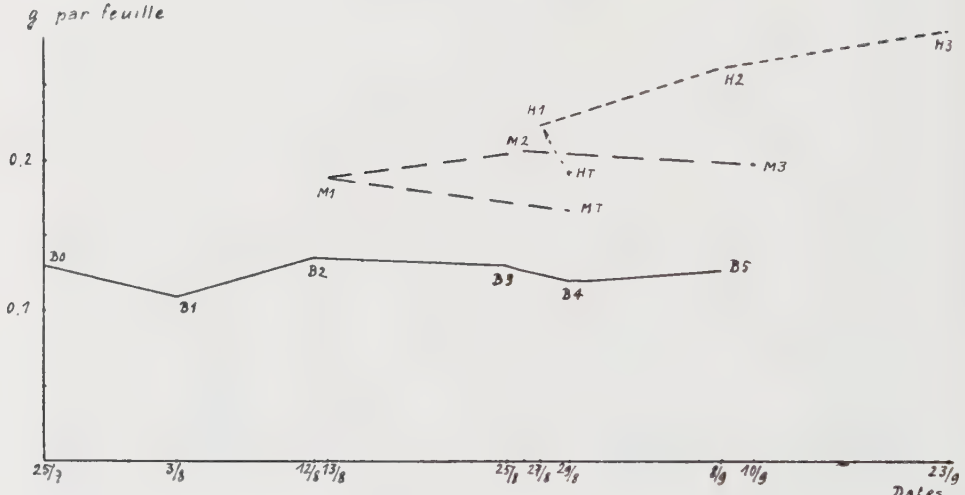
Chez les feuilles médianes de S1, les variations sont faibles : légère augmentation de S1M1 à S1M2 due à l'ablation des feuilles basses (cueillies en même temps que M1) et au séjour prolongé sur le terrain, faible diminution ensuite au cours de la maturation. La cueillette des feuilles médianes provoque une nette augmentation de la quantité d'azote dans les feuilles de tête : 0,223 g par feuille en S1H1, 0,260 en S1H2, 0,285 en S1H3.

A un même moment, le poids d'azote total par feuille médiane ou haute est plus faible lorsque les feuilles basses restent sur la plante que lorsqu'elles ont été ramassées (S1MT : 0,168, S1HT : 0,192 au lieu de S1M2 : 0,206, S1H1 : 0,223).

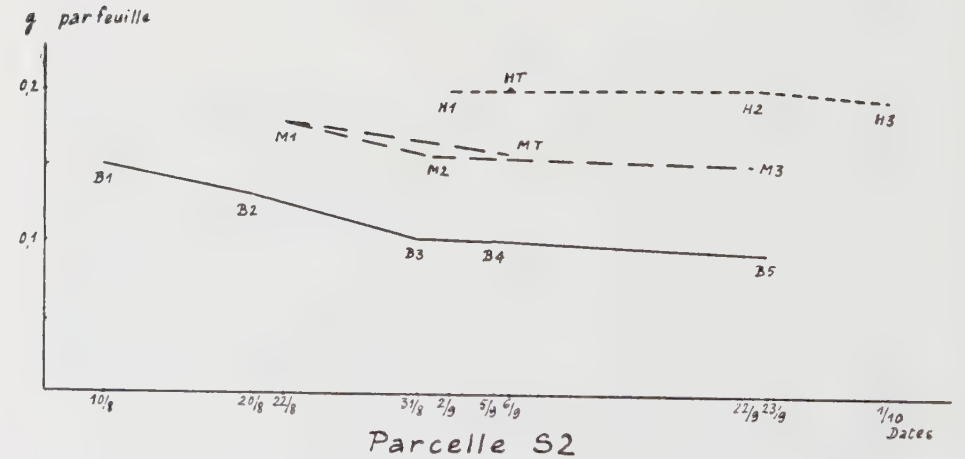
Les tabacs de la parcelle S2 se comportent de façon plus uniforme ; le poids d'azote par feuille diminue rapidement d'abord, plus lentement ensuite chez les feuilles basses et médianes. Dans ce cas, l'azote est peut-être redistribué vers les autres parties de la plante (feuilles hautes, tiges, racines). Chez les hautes,

GRAPHIQUE XXI

Poids d'azote total par feuille à la récolte en fonction de la maturité



Parcelle S1



Parcelle S2

——————— feuilles basses

— — — — feuilles médianes

--------- feuilles hautes

il n'y a pratiquement pas de variation. La persistance des feuilles basses sur la plante semble ici ne pas avoir d'influence, tout au moins au point de vue quantitatif. Il est curieux de constater le parallélisme des courbes du graphique XXI relatives aux tabacs de S2 : S2B1-S2B3 et S2M1-S2M2 d'une part, S2B3-S2B5, S2M2-S2M3 et S2H1-S2H3 d'autre part. Il semblerait ici que les intensités respectives des phénomènes d'assimilation et de redistribution des matières azotées aient été les mêmes quel que soit l'étage foliaire considéré, et qu'elles aient été conditionnées par un facteur extérieur, vraisemblablement le contexte météorologique, en relation avec la nature des tabacs.

On peut admettre qu'il existe un antagonisme entre glucides et azote dans les feuilles de tabac (Viart-Chouteau, 1961). Trop de facteurs interviennent pour qu'on puisse le vérifier ici de façon précise ; cependant il convient de comparer les teneurs en sucres et en azote pour les basses surtout et les médianes de S2 : la diminution sensible constatée en cours de maturation pour l'azote s'accompagne d'une augmentation des sucres (tableaux XXIX, page 93, et XXXIX), contrairement à ce qui se passe en S1 où la teneur en azote, ne varie pas avec la même intensité. Ces différences ne sont pas facilement explicables ; les conditions de culture interviennent certainement.

2. Azote insoluble. — Azote soluble total.

Les teneurs en azote insoluble, généralement considéré comme azote protéique ont été obtenues en retranchant des teneurs en azote total (tableau XXXIX) les taux d'azote soluble représentés au tableau XLIII.

Le tableau XLI montre la variation de l'azote insoluble à la récolte en fonction de la maturité.

En général l'azote protéique diminue lorsque les feuilles vieillissent. La plupart des auteurs ayant étudié l'influence de la maturité sur les constituants azotés des feuilles de tabac se réfèrent à la teneur en protéines. Tous les résultats sont concordants et confirment les observations faites sur le Paraguay. Tatarcev (1960) estime que, chez les tabacs d'Orient récoltés à maturité insuffisante, la teneur en protéines peut être doublée. Ishitoya (1960), sur un tabac destiné au séchage à l'air chaud trouve une diminution de l'azote protéique à surmaturité. Spondr avait fait en 1955 la même constatation sur plusieurs variétés de tabacs tchèques ;

TABLEAU XLI

Évolution de l'azote insoluble au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	1,40	1,23	0,86	39	—	—	—	—	—
S1B1	1,16	1,11	0,78	33	S2B1	1,93	1,40	1,04	46
S1B2	1,41	1,29	0,96	32	S2B2	1,52	1,16	0,87	43
S1B3	1,16	0,95	0,79	32	S2B3	1,24	1,14	0,87	30
S1B4	1,19	0,94	0,73	39	S2B4	1,20	1,06	0,82	32
S1B5	0,96	0,84	0,67	31	S2B5	0,86	1,00	0,75	12
S1M1	1,93	1,30	0,96	50	S2M1	1,87	1,23	0,90	52
S1M2	2,03	1,23	0,99	51	S2M2	1,68	1,13	0,83	51
S1M3	1,52	1,49	0,93	39	S2M3	1,14	1,04	0,75	34
S1H1	2,43	1,56	1,33	45	S2H1	1,85	1,23	0,87	53
S1H2	2,06	1,30	1,13	45	S2H2	1,59	1,02	0,84	47
S1H3	2,12	1,49	1,31	38	S2H3	1,54	0,97	0,81	47
S1MT	1,61	1,11	0,86	47	S2MT	1,52	1,05	0,75	51
S1HT	1,94	1,12	0,91	53	S2HT	1,79	1,16	0,82	54

alors que la teneur en sucres en fonction de la maturité peut varier de façon différente suivante la variété, l'azote protéique diminue toujours.

Les observations contradictoires faites sur le Paraguay au sujet de la teneur en sucres laissent supposer que la diminution de l'azote protéique est un critère plus sûr de maturation.

La proportion de l'azote insoluble par rapport à l'azote total est assez constante comme le montrent les valeurs figurant au tableau XLII. Cependant on remarque que le rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ à la récolte tend à diminuer pour les dernières cueillettes effectuées sur les basses et les médianes (termes B5, M3 en S1 et S2). Si on considère les valeurs de ce rapport pour les feuilles médianes et hautes récoltées en même temps que les feuilles

TABLEAU XLII

Variation en fonction de la maturité du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$

à la récolte et en fin de séchage

Parcelle S1			Parcelle S2		
	Azote insoluble % azote total			Azote insoluble % azote total	
	à la récolte	à la dépente		à la récolte	à la dépente
S1B0	66	43	—	—	—
S1B1	65	46	S2B1	72	45
S1B2	69	48	S2B2	72	47
S1B3	61	43	S2B3	72	53
S1B4	68	44	S2B4	72	52
S1B5	57	44	S2B5	64	54
S1M1	70	39	S2M1	76	40
S1M2	73	41	S2M2	81	42
S1M3	67	42	S2M3	70	47
S1H1	74	44	S2H1	74	37
S1H2	65	37	S2H2	67	36
S1H3	67	45	S2H3	69	41
S1MT	72	40	S2MT	76	43
S1HT	70	37	S2HT	73	38

basses correspondantes (MT et HT), on constate qu'elles sont relativement importantes et correspondent à celles trouvées pour les feuilles de même étage non excessivement mûres. Jusqu'à présent, ces tabacs se comportaient pour les divers critères comme des tabacs mûrs, alors que dans la pratique ils ne le semblent pas.

Les teneurs en azote soluble total, directement déterminées sur l'extrait trichloracétique obtenu à partir de la poudre de tabac, figurent au tableau XLIII.

Ces valeurs et celles calculées pour l'azote insoluble sont-complémentaires : leurs sommes sont égales aux teneurs correspondantes en azote total.

TABLEAU XLIII

Évolution de l'azote soluble total au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Augmentation en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Augmentation en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	0,71	1,61	1,14	61	—	—	—	—	—
S1B1	0,62	1,28	0,90	45	S2B1	0,75	1,71	1,28	71
S1B2	0,62	1,37	1,02	65	S2B2	0,60	1,31	0,98	63
S1B3	0,73	1,31	1,07	47	S2B3	0,49	0,99	0,76	55
S1B4	0,55	1,20	0,92	67	S2B4	0,46	0,98	0,75	63
S1B5	0,73	1,11	0,87	19	S2B5	0,49	0,85	0,63	29
S1M1	0,81	2,01	1,49	84	S2M1	0,60	1,86	1,36	127
S1M2	0,76	1,79	1,43	88	S2M2	0,40	1,53	1,13	182
S1M3	0,76	1,60	1,29	70	S2M3	0,50	1,18	0,86	72
S1H1	0,87	1,96	1,66	91	S2H1	0,65	2,07	1,47	126
S1H2	1,12	2,22	1,94	73	S2H2	0,79	1,80	1,48	87
S1H3	1,04	1,79	1,57	51	S2H3	0,69	1,41	1,18	71
S1MT	0,63	1,67	1,30	106	S2MT	0,48	1,37	0,99	106
S1HT	0,82	1,90	1,55	89	S2HT	0,65	1,82	1,34	106

Les observations faites sur la variation du rapport $\frac{\text{azote soluble}}{\text{azote total}}$ n'apporteraient pas de nouveaux renseignements.

3. Fractions azotées solubles.

Azote ammoniacal et amidé. — A la récolte, il y a peu d'azote ammoniacal ou amidé dans les feuilles de tabac (tableaux XLIV et XLV). Les différences constatées peuvent être dues en partie à l'imprécision des déterminations pour des quantités aussi faibles. Smirnov (1936) et Vickery (1937) signalent une augmentation de l'ammoniaque et des amides en fonction de la maturité ; cela ne peut ici être mis en évidence.

TABLEAU XLIV. — *Évolution de l'azote ammoniacal au cours du séchage en fonction de la maturité*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS récolte			% MS actuelle	% MS récolte
S1B0	0,009	0,131	0,093	—	—	—	—
S1B1	0,007	0,094	0,066	S2B1	0,009	0,192	0,144
S1B2	0,015	0,117	0,087	S2B2	0,015	0,124	0,093
S1B3	0,007	0,075	0,062	S2B3	0,005	0,096	0,073
S1B4	0,006	0,092	0,071	S2B4	0,009	0,071	0,055
S1B5	0,007	0,087	0,069	S2B5	0,009	0,058	0,044
S1M1	0,020	0,220	0,163	S2M1	0,008	0,180	0,131
S1M2	0,020	0,156	0,125	S2M2	0,010	0,139	0,102
S1M3	0,015	0,106	0,085	S2M3	0,009	0,068	0,049
S1H1	0,024	0,127	0,079	S2H1	0,015	0,283	0,201
S1H2	0,035	0,186	0,162	S2H2	0,015	0,158	0,130
S1H3	0,029	0,168	0,147	S2H3	0,010	0,127	0,106
S1MT	0,015	0,162	0,126	S2MT	0,007	0,196	0,069
S1HT	0,024	0,107	0,087	S2HT	0,010	0,151	0,111

TABLEAU XLV. — *Évolution de l'azote amidé au cours du séchage en fonction de la maturité*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS récolte			% MS actuelle	% MS récolte
S1B0	0,019	0,154	0,109	—	—	—	—
S1B1	0,019	0,102	0,072	S2B1	0,018	0,234	0,175
S1B2	0,009	0,145	0,108	S2B2	0,015	0,175	0,131
S1B3	0,015	0,096	0,079	S2B3	0,015	0,130	0,099
S1B4	0,014	0,102	0,079	S2B4	0,015	0,119	0,092
S1B5	0,027	0,082	0,065	S2B5	0,010	0,067	0,051
S1M1	0,010	0,302	0,224	S2M1	0,023	0,224	0,163
S1M2	0,010	0,259	0,207	S2M2	0,018	0,177	0,130
S1M3	0,010	0,194	0,156	S2M3	0,015	0,093	0,067
S1H1	0,015	0,254	0,216	S2H1	0,015	0,179	0,127
S1H2	0,028	0,323	0,282	S2H2	0,030	0,270	0,222
S1H3	0,024	0,215	0,188	S2H3	0,030	0,194	0,162
S1MT	0,015	0,220	0,171	S2MT	0,022	0,187	0,135
S1HT	0,035	0,314	0,256	S2HT	0,030	0,228	0,168

TABLEAU XLVI. — *Évolution de la nicotine au cours du séchage en fonction de la maturité*

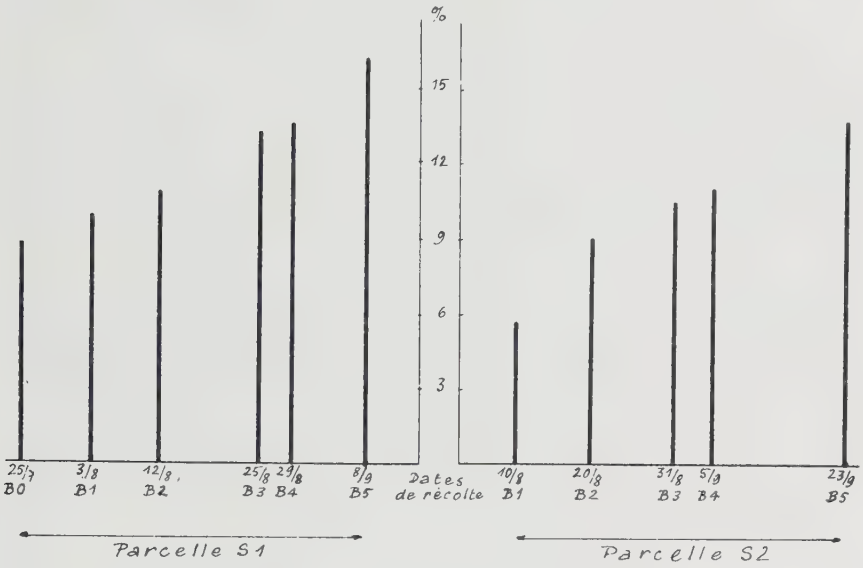
Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	1,00	1,03	0,73	27	—	—	—	—	
S1B1	1,03	1,07	0,76	26	S2B1	0,88	0,90	0,67	24
S1B2	1,26	1,25	0,93	26	S2B2	1,12	1,13	0,84	25
S1B3	1,46	1,35	1,11	24	S2B3	1,05	1,11	0,85	19
S1B4	1,36	1,28	0,99	27	S2B4	1,06	1,03	0,79	26
S1B5	1,58	1,50	1,18	25	S2B5	1,07	1,01	0,76	29
S1M1	1,39	1,32	0,98	29	S2M1	0,98	0,95	0,69	30
S1M2	1,62	1,70	1,36	16	S2M2	1,12	1,13	0,83	26
S1M3	1,95	1,78	1,43	25	S2M3	1,12	1,00	0,73	35
S1H1	2,02	1,70	1,44	29	S2H1	1,16	1,04	0,74	36
S1H2	2,89	2,53	2,20	24	S2H2	1,73	1,51	1,24	28
S1H3	2,92	2,72	2,38	18	S2H3	1,55	1,28	1,07	31
S1MT	1,51	1,49	1,16	23	S2MT	1,04	1,05	0,76	27
S1HT	1,76	1,47	1,20	32	S2HT	1,22	1,22	0,90	26

TABLEAU XLVII. — *Évolution de l'azote nicotinique au cours du séchage en fonction de la maturité*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	Récolte	Dépente			Récolte	Dépente	
		% MS actuelle	% MS récolte			% MS actuelle	% MS récolte
S1B0	0,173	0,178	0,126	—	—	—	—
S1B1	0,178	0,185	0,131	S2B1	0,152	0,156	0,116
S1B2	0,218	0,216	0,161	S2B2	0,194	0,195	0,145
S1B3	0,252	0,234	0,192	S2B3	0,182	0,192	0,147
S1B4	0,235	0,221	0,171	S2B4	0,183	0,178	0,137
S1B5	0,273	0,260	0,204	S2B5	0,185	0,175	0,132
S1M1	0,240	0,228	0,170	S2M1	0,170	0,164	0,119
S1M2	0,280	0,294	0,235	S2M2	0,194	0,196	0,143
S1M3	0,337	0,308	0,247	S2M3	0,194	0,173	0,126
S1H1	0,349	0,294	0,249	S2H1	0,201	0,180	0,128
S1H2	0,500	0,437	0,380	S2H2	0,299	0,299	0,214
S1H3	0,505	0,470	0,411	S2H3	0,268	0,268	0,185
S1MT	0,261	0,258	0,201	S2MT	0,180	0,182	0,132
S1HT	0,304	0,254	0,208	S2HT	0,211	0,211	0,156

GRAPHIQUE XXII

Variation du rapport $\frac{N.\ nicotinique}{N.\ total}$ *à la récolte en fonction de la maturité (Feuilles basses)*



Nicotine. — La teneur en nicotine des tabacs à la récolte dépend de nombreux facteurs, variétaux, culturaux, climatiques. Renier a montré en 1951 que l'insolation et la teneur en nicotine étaient étroitement liées ; il est donc normal de trouver pour les tabacs de la campagne de culture 1960 des taux relativement faibles (tableau XLVI).

La méthode à l'acide silicotungstique utilisée pour déterminer la nicotine n'est pas spécifique de cette dernière. Elle permet de doser les alcaloïdes totaux ; mais, comme la nicotine représente dans le Paraguay la presque totalité des alcaloïdes, il est possible de calculer à partir des résultats obtenus la quantité d'azote nicotinique qu'ils représentent (tableau XLVII). Le poids moléculaire de la nicotine $C_{10}H_{14}N_2$ est 162, la proportion d'azote y est de 17,3 %.

La plupart des auteurs admettent que le taux de nicotine augmente des feuilles basses aux feuilles hautes. C'est ce qui ressort des valeurs figurant au tableau XLVI. Si on considère en

particulier les termes B4, MT et HT récoltés simultanément, l'augmentation vers les feuilles hautes est nette en S1, un peu moins en S2 où les basses et les médianes ont sensiblement la même teneur.

La nicotine augmente avec la maturité. Cela est net pour les tabacs de la parcelle S1, un peu moins pour ceux de S2, en particulier pour les feuilles basses. Blot en 1884 et Perreau et Fouquet en 1898 signalaient déjà que la teneur en nicotine augmentait jusqu'à la récolte chez les plantes écimées. Plus récemment, Jeffrey (1958) sur Maryland Robinson précise que chez les basses, la teneur est stable à partir de la mi-saison (c'est ce qu'on observe ici pour les basses de S2 au tableau XLVI) et que le taux de nicotine des hautes augmente surtout à partir de l'écimage.

On a remarqué pour les basses de S2 (tableau XXXIX) la nette diminution de l'azote total lors de la maturation. Or on admet généralement que la teneur en nicotine est plus forte lorsque les tabacs sont plus riches en azote. Il semble donc intéressant d'étudier la variation à la récolte du rapport $\frac{\text{azote nicotinique}}{\text{azote total}}$ en fonction de la maturité (tableau XLVIII).

TABLEAU XLVIII

Variation du rapport $\frac{\textit{azote nicotinique}}{\textit{azote total}}$ *en fonction de la maturité*

Parcelle S1				Parcelle S2			
	azote nic. % azote total		azote nic. % azote total		azote nic. % azote total		azote nic. % azote total
S1B0	8,6	S1M1	8,8			S2M1	6,9
S1B1	10,0	S1M2	10,0	S2B1	5,7	S2M2	9,3
S1B2	10,7	S1M3	14,8	S2B2	9,1	S2M3	11,8
S1B3	13,3	S1H1	10,6	S2B3	10,5	S2H1	8,0
S1B4	13,5	S1H2	15,7	S2B4	11,0	S2H2	12,5
S1B5	16,2	S1H3	16,0	S2B5	13,7	S2H3	12,0
		S1MT	11,7			S2MT	9,0
		S1HT	11,0			S2HT	8,6

Ce rapport augmente régulièrement en fonction de la maturité. Il n'y a aucune exception. D'autre part les proportions relatives des deux formes d'azote considérées permettent de placer les médianes MT parmi les tabacs relativement mûrs, et les hautes HT parmi les tabacs moins mûrs, ce qui correspond aux observations faites dans la pratique.

Azote soluble résiduel. — Cette valeur est obtenue en retranchant de l'azote soluble total la somme : azote ammoniacal + (azote amidé × 2) + azote nicotinique. On y trouve en particulier l'azote aminé (autre que celui de la glutamine et de l'asparagine) et l'azote des peptides de faible poids moléculaire solubles dans l'acide trichloracétique (tableau XLIX).

Cette fraction azotée est assez variable. Elle semble être généralement plus forte chez les tabacs les moins mûrs, il n'est cependant pas possible de préciser exactement l'influence de la maturité.

TABLEAU XLIX

Variation de l'azote soluble résiduel au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Augmentat. % teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Augmentat. % teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	0,49	0,99	0,70	43	—	—	—	—	—
S1B1	0,40	0,80	0,56	40	S2B1	0,55	0,89	0,67	22
S1B2	0,37	0,75	0,56	51	S2B2	0,36	0,64	0,48	33
S1B3	0,44	0,81	0,66	50	S2B3	0,27	0,44	0,34	26
S1B4	0,28	0,68	0,52	86	S2B4	0,24	0,49	0,37	54
S1B5	0,40	0,60	0,47	18	S2B5	0,28	0,46	0,35	25
S1M1	0,53	0,96	0,71	34	S2M1	0,38	1,07	0,78	105
S1M2	0,44	0,82	0,66	50	S2M2	0,16	0,84	0,62	288
S1M3	0,39	0,80	0,65	67	S2M3	0,27	0,75	0,55	104
S1H1	0,47	1,03	0,90	91	S2H1	0,40	1,25	0,89	122
S1H2	0,53	0,95	0,83	57	S2H2	0,42	0,80	0,69	64
S1H3	0,46	0,72	0,64	39	S2H3	0,35	0,63	0,56	54
S1MT	0,32	0,81	0,63	97	S2MT	0,25	0,72	0,52	108
S1HT	0,42	0,91	0,74	76	S2HT	0,37	1,00	0,74	100

TABLEAU L

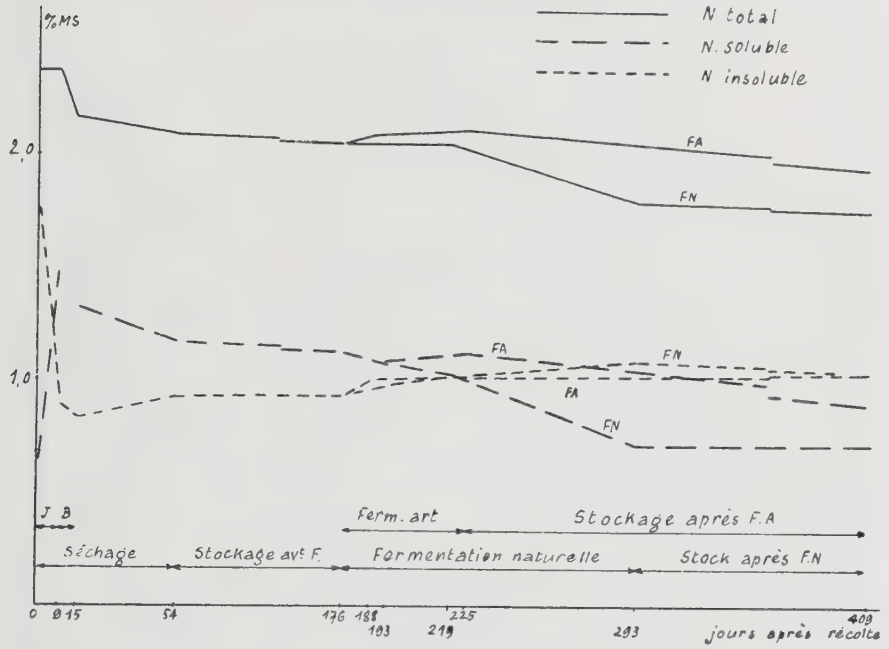
Variation de l'azote total
au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	1,96	2,43	3,34	1,96	2,43	3,34			
Jaunissement	2,30	2,76	3,46	1,91	2,37	3,05			
Brunissement	2,42	2,82	3,43	1,90	2,33	2,99			
Dépente	2,53	2,79	3,49	1,90	2,22	2,93			
Avant fermentation	2,38	2,82	3,42	1,71	2,22	2,90			
Avant fermentation	2,50	2,90	3,45	1,79	2,28	2,93	2,50	2,90	3,45
Sortie des chambres FA	2,54	2,92	3,54	1,80	2,30	2,99	2,52	2,93	3,52
Emballage après FA	2,45	2,98	3,44	1,73	2,35	2,91	2,41	3,00	3,42
Premier retournement en FN.	2,43	2,92	3,65	1,71	2,26	3,10	2,39	2,88	3,64
Deuxième retournement en FN	2,54	3,00	3,59	1,79	2,32	3,03	2,50	2,96	3,56
Emballage après FN	2,32	2,93	3,45	1,54	2,05	2,67	2,13	2,60	3,15
Avant fermentation	2,42	2,91	3,35	1,74	2,29	2,84	2,42	2,91	3,35
Emballage après FA	2,49	2,99	3,58	1,77	2,32	3,04	2,47	2,96	3,58
Tabacs ferm. art. ap. stockage	2,48	3,09	3,66	1,70	2,22	2,91	2,36	2,82	3,42
Emballage après FN	2,28	2,82	3,47	1,50	1,97	2,68	2,09	2,51	3,16
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	2,40	3,00	3,21	1,57	2,09	2,45	2,16	2,65	2,89

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	2,41	2,36	2,67	2,41	2,36	2,67			
Jaunissement	2,61	2,70	2,97	2,25	2,36	2,68			
Brunissement	2,56	2,62	3,12	2,04	2,14	2,71			
Dépente	2,60	2,75	3,05	2,00	2,08	2,57			
Avant fermentation	2,49	2,78	2,95	1,85	2,08	2,40			
Avant fermentation	2,51	2,75	2,99	1,86	2,06	2,44	2,51	2,75	2,99
Sortie des chambres FA	2,61	2,79	3,09	1,91	2,08	2,50	2,57	2,78	3,06
Emballage après FA	2,59	2,89	3,14	1,91	2,15	2,51	2,57	2,88	3,08
Premier retournement en FN.	2,52	2,82	3,07	1,85	2,05	2,49	2,50	2,74	3,05
Deuxième retournement en FN	2,42	2,83	3,11	1,76	2,06	2,48	2,37	2,76	3,04
Emballage après FN	2,36	2,58	3,18	1,68	1,79	2,40	2,26	2,39	2,94
Avant fermentation	2,49	2,69	2,98	1,85	2,01	2,43	2,49	2,69	2,98
Emballage après FA	2,58	2,81	3,01	1,92	2,09	2,45	2,59	2,80	3,01
Tabacs ferm. art. ap. stockage	2,53	2,74	3,24	1,85	1,94	2,50	2,49	2,60	3,06
Emballage après FN	2,44	2,61	2,92	1,72	1,80	2,21	2,32	2,40	2,72
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	2,25	2,59	2,96	1,56	1,76	2,23	2,11	2,36	2,73

GRAPHIQUE XXIII

Variation de l'azote total, insoluble et soluble pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)



VARIATION AU COURS DE LA DESSICCATION

Les graphiques XXIII et XXV représentent la variation des diverses fractions azotées au cours du séchage et de la fermentation pour des feuilles médianes (S2M) cueillies à la date habituelle de récolte. Le graphique XXIV montre pour ces mêmes feuilles la variation du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ pendant les divers traitements.

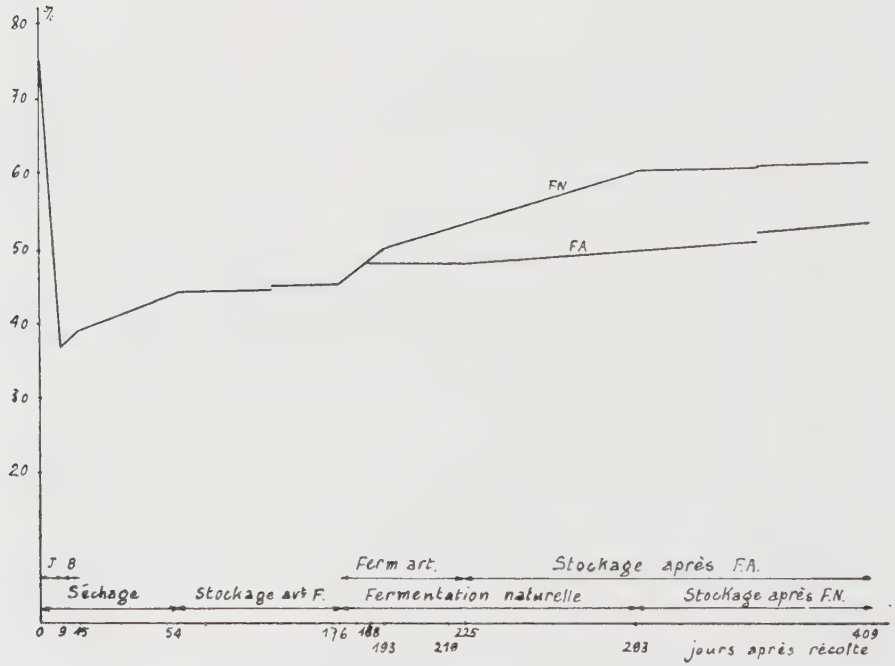
1. Azote total.

On constate au cours du séchage une légère diminution de l'azote total (tableau XXXIX) ; elle semble se produire surtout au début du traitement (tableau L et graphique XXIII).

GRAPHIQUE XXIV

Variation du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$

pendant le séchage et la fermentation
(Feuilles médianes de S2)



Selon la nature des feuilles et leur état à la récolte, la perte en azote est variable (0-13,5 % de la teneur initiale). Il ne semble pas cependant qu'on puisse tirer des renseignements précis au sujet de la perte au séchoir en fonction de la maturité. Une observation s'impose néanmoins au sujet des feuilles basses de la parcelle S2 ; on a vu précédemment que la teneur de ces feuilles diminuait considérablement pendant la maturation. Pendant le séchage, on constate que la perte est d'autant plus forte que les tabacs sont moins mûrs (graphique XX). Cela se vérifie également pour les médianes de la même parcelle ; par contre pour les autres lots en comparaison, il ne semble pas y avoir de relation évidente entre la perte d'azote et la maturité.

Les conditions de séchage jouent certainement un rôle important dans la transformation des matières azotées. J'ai signalé à plusieurs

TABLEAU LI

Variation de l'azote insoluble au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	1,41	1,75	2,31	1,41	1,75	2,31			
Jaunissement	0,94	0,97	1,43	0,78	0,83	1,26			
Brunissement	1,06	1,05	1,29	0,84	0,87	1,12			
Dépente	1,18	1,26	1,35	0,94	1,01	1,14			
Avant fermentation	1,00	1,22	1,33	0,72	0,96	1,12			
Avant fermentation	1,15	1,19	1,28	0,82	0,94	1,09	1,15	1,19	1,28
Sortie des chambres FA	1,26	1,27	1,42	0,89	1,00	1,20	1,25	1,27	1,41
Emballage après FA	1,19	1,39	1,36	0,84	1,09	1,15	1,17	1,40	1,35
Premier retournement en FN.	1,17	1,29	1,44	0,82	1,00	1,23	1,15	1,27	1,44
Deuxième retournement en FN	1,26	1,24	1,43	0,89	0,96	1,20	1,24	1,23	1,41
Emballage après FN	1,31	1,79	1,61	0,88	1,25	1,25	1,20	1,59	1,53
Avant fermentation	1,09	1,23	1,25	0,79	0,97	1,06	1,09	1,23	1,25
Emballage après FA	1,27	1,33	1,48	0,90	1,03	1,26	1,26	1,32	1,48
Tabacs ferm. art. ap. stockage	1,27	1,59	1,66	0,87	1,14	1,32	1,21	1,45	1,55
Emballage après FN	1,36	1,56	1,63	0,90	1,09	1,26	1,25	1,39	1'52
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	1,47	1,74	1,68	0,96	1,19	1,28	1,31	1,50	1,51

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	1,83	1,77	1,89	1,83	1,77	1,89			
Jaunissement	1,14	1,01	1,01	0,98	0,88	0,91			
Brunissement	1,12	1,02	1,13	0,89	0,83	0,99			
Dépente	1,20	1,21	1,08	0,92	0,92	0,91			
Avant fermentation	1,27	1,26	1,18	0,94	0,95	0,95			
Avant fermentation	1,29	1,26	1,24	0,95	0,95	1,01	1,29	1,26	1,24
Sortie des chambres FA	1,50	1,34	1,31	1,10	1,00	1,06	1,47	1,33	1,30
Emballage après FA	1,48	1,38	1,45	1,09	1,03	1,16	1,47	1,38	1,42
Premier retournement en FN.	1,44	1,42	1,26	1,05	1,03	1,02	1,43	1,38	1,25
Deuxième retournement en FN	1,34	1,35	1,34	0,97	0,99	1,07	1,31	1,32	1,31
Emballage après FN	1,37	1,60	1,81	0,98	1,11	1,32	1,31	1,48	1,67
Avant fermentation	1,22	1,18	1,20	0,98	0,88	0,98	1,32	1,18	1,20
Emballage après FA	1,38	1,33	1,29	1,03	0,99	1,05	1,39	1,32	1,29
Tabacs ferm. art. ap. stockage	1,31	1,46	1,66	0,96	1,04	1,25	1,42	1,39	1,53
Emballage après FN	1,49	1,51	1,63	1,05	1,04	1,24	1,29	1,39	1,53
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	1,31	1,57	1,67	0,91	1,04	1,30	1,23	1,39	1,54

reprises les anomalies constatées dans le comportement du lot S1B3, saisi trop tôt après sa mise à la pente. On remarque ici que la perte d'azote y est très faible (1,5 %).

2. Azote insoluble. — Azote soluble total.

On observe dans tous les cas une diminution importante (35 % environ) de l'azote insoluble pendant la dessiccation (tableau XLI). Cette variation s'accompagne d'une nette augmentation de l'azote soluble total (tableau XLIII) et on peut penser qu'il s'agit d'un phénomène intense de protéolyse. L'azote soluble total augmente de façon variable suivant la nature des tabacs. L'accroissement est plus faible chez les tabacs très mûrs (19 % en S1B5 et 29 % en S2B5) que chez les autres. Dans certains cas, l'augmentation atteint 100 % et, en S2M2, est même voisine de 200 %.

Le tableau XLI montre que la variation de l'azote insoluble est plus importante chez les tabacs jeunes que chez les tabacs mûrs. Cette observation est absolument générale et se vérifie pour tous les étages foliaires des deux parcelles ; cette influence de la maturité est particulièrement nette pour les feuilles basses de S2. Smirnov et Izvoshikov (1931) ont également constaté ce phénomène pour le tabac d'Orient.

L'analyse des prélèvements aux principaux stades du séchage (tableau LI et graphique XXIII) montre que la dégradation est très importante pendant le jaunissement : 40 à 50 % des protéines sont ainsi solubilisées en une dizaine de jours environ. Dans certains cas (S1B, S1M) il semble qu'on assiste ensuite à une légère insolubilisation de l'azote. L'examen du tableau LII qui montre la variation du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ conduit aux mêmes remarques (graphique XXIV). Asmaev et Zagoruiko (1956) ont aussi constaté une insolubilisation possible de l'azote lorsque le séchage est peu rapide, ce qui est le cas pour le Paraguay. Dans l'ensemble cependant, azote insoluble et azote total évoluent parallèlement à partir du jaunissement. On peut supposer que l'activité des enzymes protéolytiques cesse lorsque la teneur en eau des tissus diminue suffisamment, mais on ne peut davantage préciser ici l'époque où se situe cette importante modification du métabolisme.

Le tableau LIII montre la variation de l'azote soluble total.

TABLEAU LII

Variation du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ *au cours du séchage et de la fermentation (azote insoluble % azote total)*

	Azote insoluble % azote total					
	Parcelle S1			Parcelle S2		
	S1B	S1M	S1H	S2B	S2M	S2H
Récolte	72	72	69	76	75	71
Jaunissement	41	35	41	44	37	34
Brunissement	44	37	37	44	39	36
Dépente	46	45	38	46	44	35
Avant fermentation	42	43	39	51	45	40
Avant fermentation	46	41	37	51	46	41
Sortie des chambres FA	50	43	40	57	48	42
Emballage après FA	49	46	39	57	48	46
Premier retournement en FN	48	44	39	57	50	41
Deuxième retournement en FN	50	41	39	55	47	43
Emballage après FN	56	61	46	58	62	57
Avant fermentation	45	42	37	49	44	40
Emballage après FA	51	44	41	53	47	43
Tabacs ferm. art. après stockage	51	45	45	52	53	51
Emballage après FN	60	51	47	61	58	56
Tabacs ferm. nat. après stockage	61	58	52	58	61	56

L'importante dégradation des protéines constatée pendant le jaunissement s'accompagne d'une augmentation sensible de la fraction azotée soluble. Après une teneur maxima observée en général au jaunissement, on constate qu'une certaine diminution se produit pendant la fin du séchage (graphique XXIII). Deux hypothèses peuvent intervenir pour expliquer ce phénomène : l'azote aminé peut en effet au cours du brunissement se combiner aux sucres pour former des composés azotés insolubles du type des substances mélanoïdes intervenant dans la coloration des tabacs (Doerr, 1956) ; bien que le pH du tabac reste constam-

TABLEAU LIII

Évolution de l'azote soluble total au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	0,55	0,68	1,03	0,55	0,68	1,03			
Jaunissement	1,36	1,79	2,03	1,13	1,54	1,78			
Brunissement	1,36	1,77	2,14	1,06	1,46	1,87			
Dépente	1,35	1,53	2,14	0,96	1,21	1,83			
Avant fermentation	1,38	1,60	2,09	0,99	1,26	1,78			
Avant fermentation	1,35	1,71	2,17	0,97	1,34	1,84	1,35	1,71	2,17
Sortie des chambres FA	1,28	1,65	2,12	0,91	1,30	1,79	1,27	1,66	2,11
Emballage après FA	1,26	1,59	2,08	0,89	1,26	1,76	1,24	1,60	2,07
Premier retournement en FN.	1,26	1,63	2,21	0,89	1,26	1,87	1,24	1,61	2,20
Deuxième retournement en FN	1,28	1,76	2,16	0,90	1,36	1,83	1,26	1,73	2,15
Emballage après FN	1,01	1,14	1,84	0,66	0,80	1,42	0,93	1,01	1,68
Avant fermentation	1,33	1,68	2,10	0,95	1,32	1,78	1,33	1,68	2,10
Emballage après FA	1,22	1,66	2,10	0,87	1,29	1,78	1,21	1,64	2,10
Tabacs ferm. art. ap. stockage	1,21	1,50	2,00	0,83	1,08	1,59	1,15	1,37	1,87
Emballage après FN	0,92	1,26	1,84	0,60	0,88	1,42	0,84	1,12	1,68
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,93	1,26	1,53	0,61	0,90	1,17	0,85	1,15	1,38

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	0,58	0,59	0,78	0,58	0,59	0,78			
Jaunissement	1,47	1,69	1,96	1,27	1,48	1,77			
Brunissement	1,44	1,60	1,99	1,15	1,31	1,72			
Dépente	1,40	1,54	1,97	1,08	1,16	1,66			
Avant fermentation	1,22	1,52	1,77	0,91	1,13	1,45			
Avant fermentation	1,22	1,49	1,75	0,91	1,11	1,43	1,22	1,49	1,75
Sortie des chambres FA	1,11	1,45	1,78	0,81	1,08	1,44	1,10	1,45	1,76
Emballage après FA	1,11	1,51	1,69	0,82	1,12	1,35	1,10	1,50	1,66
Premier retournement en FN.	1,08	1,40	1,81	0,80	1,07	1,47	1,07	1,36	1,80
Deuxième retournement en FN	1,08	1,48	1,77	0,79	1,02	1,41	1,06	1,44	1,73
Emballage après FN	0,99	0,98	1,37	0,70	0,68	1,03	0,95	0,91	1,27
Avant fermentation	1,17	1,51	1,78	0,87	1,13	1,45	1,17	1,51	1,78
Emballage après FA	1,20	1,48	1,72	0,89	1,10	1,40	1,20	1,48	1,72
Tabacs ferm. art. ap. stockage	1,22	1,28	1,58	0,89	0,90	1,25	1,20	1,21	1,53
Emballage après FN	0,95	1,10	1,29	0,67	0,76	0,97	0,90	1,01	1,19
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,94	1,02	1,29	0,65	0,72	0,97	0,88	0,97	1,19

TABLEAU LIV

Evolution de l'azote ammoniacal au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	0,012	0,018	0,031	0,012	0,018	0,031			
Jaunissement	0,058	0,100	0,131	0,048	0,086	0,115			
Brunissement	0,096	0,131	0,210	0,075	0,108	0,183			
Dépente	0,103	0,121	0,312	0,076	0,096	0,267			
Avant fermentation	0,141	0,185	0,254	0,101	0,146	0,216			
Avant fermentation	0,163	0,188	0,271	0,117	0,148	0,230	0,163	0,188	0,271
Sortie des chambres FA	0,195	0,289	0,371	0,139	0,228	0,313	0,195	0,290	0,369
Emballage après FA	0,190	0,295	0,436	0,134	0,233	0,368	0,187	0,296	0,434
Premier retournement en FN.	0,161	0,303	0,408	0,113	0,234	0,346	0,158	0,298	0,407
Deuxième retournement en FN	0,169	0,333	0,420	0,119	0,258	0,354	0,167	0,328	0,416
Emballage après FN	0,182	0,252	0,429	0,120	0,176	0,332	0,167	0,224	0,391
Avant fermentation	0,139	0,179	0,259	0,100	0,141	0,220	0,139	0,179	0,259
Emballage après FA	0,209	0,348	0,390	0,148	0,270	0,329	0,208	0,344	0,388
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,269	0,318	0,509	0,184	0,229	0,404	0,256	0,291	0,475
Emballage après FN	0,139	0,266	0,435	0,091	0,186	0,337	0,127	0,236	0,397
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,131	0,231	0,336	0,086	0,160	0,257	0,119	0,204	0,302

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	0,006	0,011	0,018	0,006	0,011	0,018			
Jaunissement	0,066	0,127	0,147	0,057	0,111	0,132			
Brunissement	0,100	0,102	0,208	0,080	0,083	0,180			
Dépente	0,134	0,153	0,253	0,103	0,115	0,213			
Avant fermentation	0,213	0,202	0,270	0,158	0,151	0,220			
Avant fermentation	0,214	0,187	0,315	0,159	0,140	0,257	0,214	0,187	0,315
Sortie des chambres FA	0,350	0,300	0,421	0,256	0,224	0,341	0,347	0,299	0,419
Emballage après FA	0,324	0,357	0,370	0,239	0,265	0,296	0,323	0,356	0,363
Premier retournement en FN.	0,236	0,287	0,382	0,174	0,208	0,310	0,234	0,279	0,380
Deuxième retournement en FN	0,298	0,390	0,451	0,217	0,283	0,360	0,292	0,380	0,441
Emballage après FN	0,249	0,167	0,384	0,177	0,116	0,290	0,238	0,155	0,355
Avant fermentation	0,218	0,202	0,246	0,162	0,151	0,200	0,218	0,202	0,246
Emballage après FA	0,324	0,361	0,380	0,242	0,269	0,309	0,325	0,360	0,380
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,351	0,328	0,558	0,256	0,232	0,441	0,345	0,310	0,540
Emballage après FN	0,228	0,291	0,359	0,162	0,200	0,272	0,218	0,268	0,334
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,135	0,170	0,295	0,094	0,115	0,222	0,127	0,155	0,272

TABLEAU LV

Evolution de l'azote amidé au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	0,020	0,009	0,024	0,020	0,009	0,024			
Jaunissement	0,103	0,161	0,262	0,085	0,138	0,230			
Brunissement	0,110	0,159	0,254	0,086	0,131	0,222			
Dépente	0,102	0,208	0,303	0,076	0,165	0,259			
Avant fermentation	0,087	0,145	0,214	0,062	0,114	0,182			
Avant fermentation	0,099	0,135	0,214	0,071	0,106	0,182	0,099	0,135	0,214
Sortie des chambres FA	0,055	0,086	0,224	0,036	0,068	0,189	0,055	0,086	0,223
Emballage après FA	0,057	0,089	0,209	0,040	0,070	0,176	0,056	0,090	0,208
Premier retournement en FN.	0,108	0,087	0,180	0,076	0,067	0,153	0,106	0,086	0,180
Deuxième retournement en FN	0,032	0,050	0,163	0,023	0,039	0,137	0,032	0,049	0,162
Emballage après FN	0,038	0,027	0,147	0,025	0,019	0,114	0,035	0,024	0,134
Avant fermentation	0,083	0,202	0,244	0,060	0,159	0,207	0,083	0,202	0,244
Emballage après FA	0,039	0,052	0,210	0,028	0,040	0,177	0,039	0,051	0,209
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,054	0,063	0,125	0,037	0,045	0,099	0,052	0,057	0,070
Emballage après FN	0,054	0,069	0,077	0,035	0,048	0,060	0,049	0,061	0,117
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,078	0,058	0,072	0,051	0,039	0,055	0,071	0,051	0,065

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2M	S2B	S2M	S2H
Récolte	0,012	0,017	0,020	0,012	0,017	0,020			
Jaunissement	0,120	0,214	0,204	0,103	0,187	0,184			
Brunissement	0,168	0,233	0,238	0,134	0,190	0,206			
Dépente	0,169	0,213	0,251	0,130	0,161	0,211			
Avant fermentation	0,066	0,130	0,202	0,049	0,097	0,165			
Avant fermentation	0,060	0,149	0,143	0,045	0,111	0,117	0,060	0,149	0,143
Sortie des chambres FA	0,026	0,122	0,061	0,019	0,091	0,049	0,026	0,122	0,061
Emballage après FA	0,059	0,059	0,082	0,043	0,044	0,065	0,058	0,059	0,080
Premier retournement en FN.	0,085	0,072	0,147	0,060	0,052	0,119	0,084	0,070	0,146
Deuxième retournement en FN	0,031	0,039	0,126	0,023	0,028	0,100	0,030	0,038	0,123
Emballage après FN	0,036	0,068	0,091	0,025	0,047	0,069	0,034	0,063	0,084
Avant fermentation	0,080	0,161	0,193	0,060	0,120	0,157	0,080	0,161	0,193
Emballage après FA	0,059	0,057	0,117	0,044	0,043	0,095	0,059	0,057	0,117
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,036	0,033	0,067	0,026	0,024	0,053	0,035	0,032	0,065
Emballage après FN	0,034	0,074	0,063	0,024	0,050	0,048	0,032	0,067	0,058
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,034	0,058	0,077	0,024	0,039	0,058	0,032	0,053	0,071

ment acide, on peut envisager une certaine volatilisation de la nicotine et surtout de l'ammoniaque ; Garner, Bacon et Foubert (1914) ont détecté la présence d'ammoniaque dans l'air des séchoirs.

3. Fractions azotées solubles.

Il convient de rappeler avant de discuter les résultats relatifs à l'ammoniaque et, en général, aux diverses fractions de l'azote soluble, que les tabacs examinés ont subi une stabilisation à 100 °C et qu'il peut en résulter une certaine perte des constituants labiles ou volatils. Il est possible d'autre part, que cette perte ait pu avoir une importance variable suivant l'époque du prélèvement. Dans l'examen des valeurs trouvées, il est donc nécessaire de tenir compte davantage de l'allure générale de la variation que des résultats considérés individuellement.

Azote ammoniacal. — Alors qu'on ne trouve pratiquement pas d'ammoniaque libre lors de la récolte (tableau XLIV), on observe pendant le séchage une formation importante de ce produit. On remarque cependant en fin de traitement que les feuilles basses en contiennent moins que celles des autres étages. Les teneurs à la dépente des feuilles médianes et hautes sont sensiblement comparables.

En règle générale on constate que la quantité d'ammoniaque produite pendant la dessiccation est plus élevée chez les tabacs non mûrs.

Le tableau LIV montre la variation du taux d'azote ammoniacal pendant la dessiccation et la fermentation. Il semble que la production d'ammoniaque soit particulièrement importante pendant la phase de jaunissement, mais qu'elle se poursuive jusqu'à la dépente (graphique XXV).

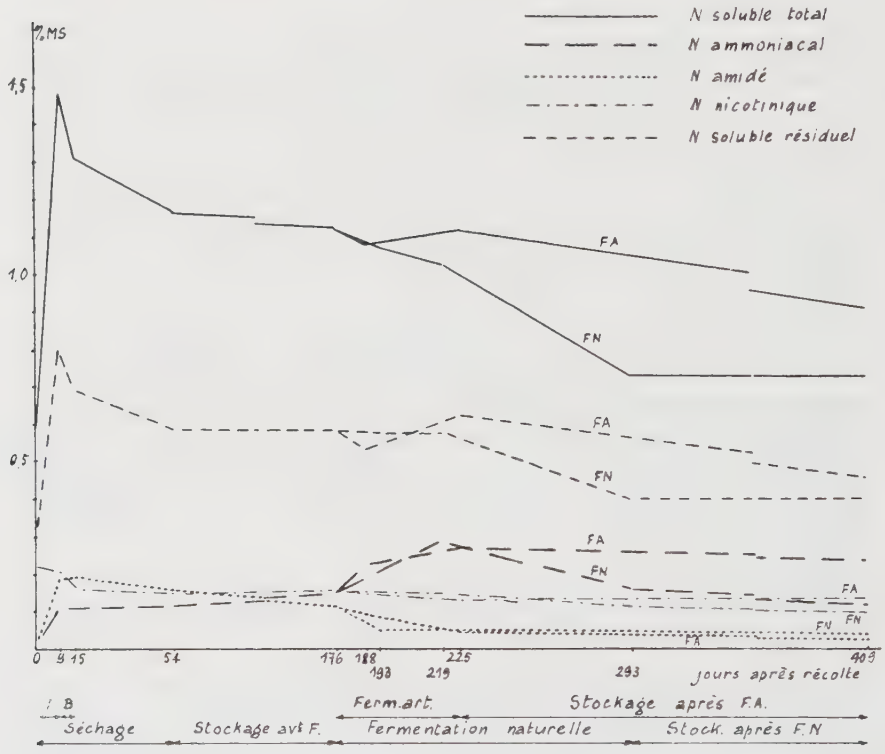
Azote amidé. — L'azote amidé est constitué essentiellement d'asparagine. En effet on peut supposer que la glutamine éventuellement présente dans les échantillons au moment des prélèvements a été hydrolysée pour une bonne part pendant la stabilisation à la chaleur. D'autre part quelques dosages ont été faits qui ont montré que la glutamine était pratiquement inexistante.

L'azote amidé augmente considérablement pendant le séchage (tableau XLV) et les taux obtenus en fin de traitement sont en général plus élevés que ceux trouvés pour l'azote ammoniacal.

Les feuilles basses à la dépente contiennent généralement moins

GRAPHIQUE XXV

Variation de l'azote soluble pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)



d'asparagine que les feuilles supérieures, les hautes en particulier. Un état de maturité plus avancé à la cueillette semble diminuer la formation d'amide.

C'est pendant les premiers jours qui suivent la mise à la pente que se forme la plus grande partie de l'asparagine (tableau LV et graphique XXV). Les variations constatées par la suite, du jaunissement à la dépente, peuvent être imputées soit au mode de stabilisation, soit à l'échantillonnage, soit même à la méthode de dosage.

Cette importante augmentation de l'azote amidé est sans doute liée à l'hydrolyse des protéines ; ces deux transformations se produisent en effet simultanément. Pourtant il semble peu pro-

bable que l'asparagine provienne en totalité directement des protéines ; il faudrait pour cela admettre que ces dernières contiennent une proportion beaucoup trop forte d'acide aspartique. C'est dans le cas des feuilles hautes de la parcelle S1 qu'on trouve la plus forte augmentation de la teneur en azote amidé pendant le jaunissement (0,206 % de la matière sèche initiale). A 14 d'azote amidé correspondent 133 d'acide aspartique ($COOH\text{-}CH_2\text{-}CHNH_2\text{-}COOH$) ; l'augmentation constatée équivaut donc à la solubilisation de 1,96 % de la matière sèche à la récolte. Parallèlement on assiste à une diminution de l'azote protéique égale à 1,05 %, soit en protéines (en multipliant par 6,25), 6,56 % de la matière sèche initiale. Il faudrait, pour que l'asparagine formée provienne uniquement des protéines que celles-ci contiennent au moins 30 % d'acide aspartique. Le même calcul effectué par Vickery et Meiss (1953) sur du Connecticut cultivé sous toile et séché à l'air, donne une teneur théorique de 53 % d'acide aspartique dans les protéines. Or Frankenburg, Gottscho, Vaitekunas et Zacharius (1955) sur la variété pour cigares Connecticut Shade, ont trouvé que les protéines du tabac vert ne contenaient que 8,4 % d'acide aspartique.

Ceci laisse donc supposer que l'asparagine, présente en quantité importante dans les feuilles au moment du jaunissement, provient d'une synthèse secondaire, réalisée probablement à partir d'acide oxalacétique ou de cétoacides et d'ammoniaque et catalysée par des systèmes enzymatiques cellulaires ; il faut sans doute considérer cette formation d'amide comme un métabolisme normal en liaison avec l'activité respiratoire des tissus. Cette synthèse empêche l'accumulation d'ammoniaque dans les feuilles. Il se peut que l'azote amidé cesse de croître après quelques jours de séchoir, soit parce que les systèmes enzymatiques responsables ne peuvent plus agir en raison de certaines conditions de milieu, soit parce qu'il manque un supplément d'acide oxalacétique ou de cétoacides.

Nicotine. — Le tableau XLVI montre que la nicotine diminue pendant le séchage. Les variations observées sont du même ordre de grandeur que les variations de matière sèche (25 % environ) de sorte que, rapportées à la matière sèche au moment du prélèvement, les teneurs en nicotine varient peu. D'après les résultats trouvés, il n'est pas possible de mettre en évidence une influence de la maturité.

TABLEAU LVI

Évolution de la nicotine au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	1,23	1,66	2,72	1,23	1,66	2,72			
Jaunissement	1,25	1,66	2,40	1,04	1,43	2,11			
Brunissement	1,21	1,49	2,54	0,95	1,23	2,22			
Dépente	1,13	1,41	2,41	0,84	1,12	2,06			
Avant fermentation	1,08	1,45	2,02	0,77	1,14	1,72			
Avant fermentation	1,08	1,54	2,25	0,77	1,21	1,91	1,08	1,54	2,25
Sortie des chambres FA	0,96	1,55	2,45	0,68	1,22	2,07	0,95	1,56	2,44
Emballage après FA	0,97	1,50	2,19	0,68	1,18	1,85	0,95	1,51	2,18
Premier retournement en FN.	0,99	1,45	2,35	0,70	1,12	1,99	0,97	1,43	2,34
Deuxième retournement en FN	1,02	1,45	2,33	0,72	1,12	1,97	1,01	1,43	2,32
Emballage après FN	0,83	1,15	2,02	0,55	0,81	1,56	0,76	1,02	1,84
Avant fermentation	1,03	1,39	2,19	0,74	1,09	1,86	1,03	1,39	2,19
Emballage après FA	0,86	1,52	2,10	0,61	1,18	1,78	0,85	1,50	2,10
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,96	1,32	2,07	0,65	0,95	1,65	0,91	1,21	1,94
Emballage après FN	0,77	1,16	1,91	0,51	0,81	1,48	0,70	1,03	1,74
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,72	1,06	1,84	0,47	0,74	1,41	0,66	0,94	1,66

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	1,22	1,25	1,94	1,22	1,25	1,94			
Jaunissement	1,24	1,30	1,90	1,07	1,14	1,71			
Brunissement	1,20	1,12	1,87	0,96	0,92	1,61			
Dépente	1,14	1,11	1,85	0,88	0,84	1,56			
Avant fermentation	1,05	1,11	1,69	0,78	0,83	1,38			
Avant fermentation	1,09	1,13	1,73	0,81	0,85	1,41	1,09	1,13	1,73
Sortie des chambres FA	1,03	1,12	1,81	0,75	0,83	1,47	1,00	1,12	1,80
Emballage après FA	1,05	1,02	1,91	0,77	0,76	1,53	1,04	1,02	1,87
Premier retournement en FN.	1,02	1,07	1,72	0,75	0,78	1,39	1,01	1,05	1,71
Deuxième retournement en FN	0,95	1,14	1,79	0,69	0,83	1,43	0,93	1,11	1,75
Emballage après FN	0,91	0,84	1,69	0,65	0,58	1,27	0,87	0,78	1,56
Avant fermentation	1,07	1,19	1,66	0,79	0,89	1,35	1,07	1,19	1,66
Emballage après FA	1,07	1,04	1,92	0,79	0,77	1,56	1,07	1,04	1,92
Tabacs ferm. art. ap. stockage	1,01	1,02	1,69	0,74	0,72	1,33	0,99	0,97	1,64
Emballage après FN	0,90	0,94	1,47	0,64	0,65	1,11	0,86	0,87	1,37
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,74	0,83	1,52	0,51	0,56	1,15	0,69	0,76	1,40

TABLEAU LVII

Évolution de l'azote nicotinique au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	0,213	0,287	0,470	0,213	0,287	0,470			
Jaunissement	0,216	0,287	0,432	0,180	0,247	0,364			
Brunissement	0,209	0,258	0,439	0,164	0,213	0,384			
Dépente	0,196	0,244	0,416	0,145	0,194	0,356			
Avant fermentation	0,187	0,251	0,349	0,133	0,197	0,296			
Avant fermentation	0,187	0,266	0,389	0,133	0,209	0,330	0,187	0,266	0,389
Sortie des chambres FA	0,166	0,268	0,424	0,117	0,211	0,358	0,164	0,270	0,421
Emballage après FA	0,168	0,260	0,378	0,117	0,204	0,320	0,164	0,261	0,377
Premier retournement en FN	0,171	0,251	0,406	0,121	0,194	0,344	0,168	0,247	0,404
Deuxième retournement en FN	0,177	0,251	0,385	0,124	0,194	0,341	0,175	0,247	0,401
Emballage après FN	0,143	0,199	0,349	0,095	0,140	0,270	0,131	0,177	0,318
Avant fermentation	0,178	0,240	0,378	0,128	0,188	0,322	0,178	0,240	0,378
Emballage après FA	0,149	0,263	0,363	0,105	0,204	0,308	0,147	0,259	0,363
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,166	0,228	0,358	0,112	0,164	0,285	0,157	0,209	0,335
Emballage après FN	0,133	0,201	0,330	0,088	0,140	0,256	0,121	0,178	0,302
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,124	0,183	0,318	0,081	0,128	0,244	0,114	0,163	0,287

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	0,211	0,216	0,335	0,211	0,216	0,335			
Jaunissement	0,214	0,225	0,328	0,185	0,197	0,296			
Brunissement	0,207	0,194	0,323	0,166	0,159	0,278			
Dépente	0,197	0,192	0,320	0,152	0,145	0,270			
Avant fermentation	0,182	0,192	0,292	0,135	0,143	0,239			
Avant fermentation	0,188	0,196	0,299	0,140	0,147	0,244	0,188	0,196	0,299
Sortie des chambres FA	0,178	0,194	0,313	0,130	0,143	0,254	0,173	0,194	0,311
Emballage après FA	0,182	0,176	0,330	0,133	0,131	0,264	0,180	0,176	0,323
Premier retournement en FN	0,176	0,185	0,297	0,130	0,135	0,240	0,175	0,182	0,296
Deuxième retournement en FN	0,164	0,197	0,309	0,119	0,143	0,247	0,161	0,192	0,303
Emballage après FN	0,157	0,145	0,292	0,112	0,100	0,219	0,150	0,135	0,270
Avant fermentation	0,185	0,206	0,287	0,137	0,154	0,234	0,185	0,206	0,287
Emballage après FA	0,185	0,180	0,332	0,137	0,133	0,270	0,185	0,180	0,332
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,175	0,176	0,292	0,128	0,124	0,230	0,171	0,168	0,284
Emballage après FN	0,156	0,163	0,254	0,111	0,112	0,192	0,149	0,150	0,237
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,128	0,143	0,263	0,088	0,097	0,199	0,119	0,131	0,242

Comme pour les autres constituants azotés, c'est pendant la période de jaunissement que la nicotine varie le plus. Cependant la diminution se poursuit jusqu'à la fin de la dessiccation (tableau LVI et graphique XXV). Le tableau LVII donnant la variation de l'azote nicotinique a été établi par le calcul, à partir des valeurs du tableau LVI. Frankenburg et ses collaborateurs (1955) pensent que la dégradation de la nicotine observée au cours du séchage des feuilles de tabac est liée à un processus enzymatique aboutissant à la décomposition totale des alcaloïdes, y compris la rupture du noyau pyridine. En effet ces auteurs n'ont jamais pu déceler dans les feuilles séchées la présence de composés de pyridine qui pourraient être considérés comme des produits du métabolisme de la nicotine.

Azote soluble résiduel. — Cette fraction azotée indéterminée comprend en particulier l'azote aminé et celui des peptides de faible poids moléculaire. Dans tous les cas, on constate après séchage une augmentation de cet ensemble de constituants (tableau XLIX). Le tableau LVIII précise l'allure de la variation provoquée par la dessiccation : on constate pour tous les étages foliaires, une nette augmentation pendant le jaunissement, puis l'azote soluble résiduel diminue jusqu'à la dépente. Les constituants responsables de l'augmentation ont été produits par l'hydrolyse des protéines et sont donc essentiellement composés d'acides aminés libres ou sous forme de peptides. La diminution observée après le jaunissement peut être due en partie à l'oxydation des acides aminés avec libération d'ammoniaque. Cette fraction est vraisemblablement en outre le siège de transformations qualitatives, telles que l'hydrolyse des peptides, qu'il n'est pas possible de mettre ici en évidence.

Remarques.

De nombreux auteurs ont étudié les transformations des matières azotées pendant la dessiccation. Certains ont essayé de mettre en équation la perte de l'azote total en fonction du temps ; trop de variables sont à considérer pour que cela soit possible dans le cas du Paraguay où les conditions de maturité et de séchage ont certainement une influence.

Pour toutes les variétés, on constate essentiellement une diminution de l'azote protéique (avec formation probable d'azote aminé et amidé) et une augmentation de l'azote soluble.

TABLEAU LVIII

Évolution de l'azote soluble résiduel au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	0,28	0,36	0,48	0,28	0,36	0,48			
Jaunissement	0,88	1,08	0,94	0,73	0,93	0,84			
Brunissement	0,83	1,06	0,98	0,65	0,88	0,86			
Dépente	0,85	0,75	0,81	0,59	0,59	0,69			
Avant fermentation	0,88	0,87	1,06	0,63	0,69	0,90			
Avant fermentation	0,80	0,99	1,08	0,58	0,77	0,92	0,80	0,99	1,08
Sortie des chambres FA	0,81	0,92	0,88	0,58	0,72	0,74	0,80	0,93	0,87
Emballage après FA	0,79	0,86	0,85	0,56	0,68	0,72	0,78	0,86	0,84
Premier retournement en FN.	0,70	0,90	1,04	0,50	0,70	0,87	0,70	0,89	1,03
Deuxième retournement en FN	0,87	1,08	1,03	0,61	0,83	0,86	0,85	1,06	1,01
Emballage après FN	0,61	0,63	0,77	0,39	0,45	0,59	0,56	0,56	0,70
Avant fermentation	0,85	0,86	1,17	0,60	0,67	0,82	0,85	0,86	0,97
Emballage après FA	0,78	0,94	0,92	0,56	0,74	0,79	0,78	0,93	0,93
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,67	0,83	0,88	0,46	0,60	0,70	0,63	0,76	0,92
Emballage après FN	0,54	0,65	0,92	0,35	0,46	0,71	0,49	0,58	0,75
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,52	0,73	0,73	0,34	0,53	0,56	0,47	0,68	0,66

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	0,34	0,33	0,39	0,34	0,33	0,39			
Jaunissement	0,95	0,91	1,08	0,82	0,80	0,97			
Brunissement	0,80	0,84	0,98	0,64	0,69	0,85			
Dépente	0,73	0,77	0,89	0,56	0,58	0,75			
Avant fermentation	0,69	0,87	0,80	0,51	0,65	0,65			
Avant fermentation	0,70	0,81	0,85	0,52	0,60	0,69	0,70	0,81	0,85
Sortie des chambres FA	0,53	0,71	0,92	0,39	0,53	0,74	0,52	0,71	0,91
Emballage après FA	0,49	0,86	0,83	0,36	0,64	0,66	0,49	0,86	0,81
Premier retournement en FN.	0,50	0,78	0,84	0,37	0,57	0,68	0,50	0,76	0,84
Deuxième retournement en FN	0,56	0,81	0,76	0,41	0,59	0,61	0,55	0,79	0,74
Emballage après FN	0,51	0,53	0,51	0,36	0,37	0,38	0,49	0,49	0,47
Avant fermentation	0,61	0,78	0,86	0,45	0,58	0,70	0,61	0,78	0,86
Emballage après FA	0,57	0,82	0,77	0,42	0,61	0,63	0,57	0,82	0,77
Tabacs ferm. art. ap. stockage	0,62	0,63	0,60	0,45	0,45	0,47	0,61	0,60	0,58
Emballage après FN	0,50	0,58	0,55	0,35	0,40	0,42	0,48	0,53	0,51
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	0,61	0,59	0,58	0,42	0,40	0,44	0,57	0,54	0,54

La diminution des protéines est variable suivant les types de tabacs considérés. Jensen (1952) trouve pour les tabacs pour capes de cigares une hydrolyse de plus de 30 % des protéines. Neagu (1946) sur Virginia Bright séché à l'air chaud constate une diminution de l'azote insoluble de 50 % s'accompagnant d'une augmentation de 130 à 200 % de l'azote soluble. Selon Verdura (1955), les tabacs de capes italiens cultivés sous toile perdent 36 % de leur azote protéique, tandis que l'azote soluble augmente de 78 %.

La nature du séchage intervient également. Sunjic (1955) signale que le tabac d'Orient, variété Herzégovine, perd plus de protéines lorsqu'il est séché au soleil que par flue-curing. La même remarque peut être faite pour la nicotine.

Enfin Gordienko et Mishareva (1958) ont constaté que pour le tabac d'Orient, le séchage en tiges provoque des migrations d'azote et que la dégradation d'azote protéique y est plus poussée.

Selon Sastry (1953) le taux d'hydrolyse dépendrait du rapport $\frac{\text{azote protéique}}{\text{azote soluble — azote nicotinique}}$ dans les feuilles lors de la récolte.

En ce qui concerne la nicotine, les avis sont moins unanimes. Selon Bruckner (1936) la perte en alcaloïdes pendant le séchage varierait de 5 à 12 %. D'après Bernardini (1946) elle serait influencée par la nature et l'âge des feuilles. Garner, Bacon et Foubert (1914) estiment qu'elle peut atteindre 25 %, mais qu'elle est souvent plus faible, Young et Jeffrey (1943) sur Burley, trouvent que la nicotine ne varie pratiquement pas.

Il convient de signaler enfin que les tabacs séchés en tiges ont souvent un taux de nicotine plus fort que ceux séchés en feuilles, sans doute parce que la perte de matière sèche y est plus importante (Gisquet-Hitier, 1951).

VARIATION AU COURS DE LA FERMENTATION

1. Azote total.

Le tableau L (page 134) met en évidence une diminution sensible de l'azote total par suite de la fermentation naturelle. Bien que les pourcentages de variation trouvés soient variables, on peut admettre qu'ils sont en moyenne voisins de 10 % ; ils semblent

un peu moins élevés pour les feuilles hautes que pour les autres feuilles. C'est pendant la troisième phase de la fermentation en bancs, entre le second retournement et l'emballage que la perte est la plus forte. Ici encore le facteur temps semble jouer un rôle primordial. Au cours du stockage des tabacs fermentés naturellement, l'azote total ne semble plus diminuer.

La fermentation artificielle ne paraît provoquer aucune diminution et la teneur des tabacs ne semble pas varier non plus au cours du stockage en balles définitives. Si on se reporte absolument aux valeurs figurant au tableau précité, on constate fréquemment aux divers stades de la fermentation artificielle, des augmentations d'azote. Elles sont en général faibles et peuvent résulter d'erreurs analytiques ou d'erreurs d'échantillonnage. D'autre part, on a constaté que la stabilisation à 100 °C provoque la volatilisation partielle de certains constituants azotés, et suivant l'époque du prélèvement, la sensibilité à la chaleur de ces constituants peut être plus ou moins forte, ce qui rend plus difficile l'interprétation des résultats. Dans le cas de la fermentation en chambres, on peut supposer en particulier que les tabacs avant fermentation perdent relativement beaucoup lors de la stabilisation et que les échantillons prélevés ensuite résistent mieux à 100 °C ; on constate alors, si la diminution au cours du traitement est faible, une augmentation apparente. Cette explication doit être envisagée ; elle conduit à supposer que la perte d'azote pendant la fermentation naturelle est plus importante que celle constatée et il est aussi possible d'enregistrer alors une certaine diminution de l'azote total au cours du stockage des tabacs fermentés artificiellement.

Si on compare entre eux les produits des deux modes de fermentation, on remarque évidemment que les tabacs fermentés artificiellement ont une teneur en azote total (en % de la matière sèche actuelle) plus élevée que les tabacs traités en bancs (graphique XXIII, page 135).

La perte totale d'azote observée entre la récolte et la fin de la fermentation est variable. Elle correspond sensiblement à la perte en cours de séchage pour les tabacs fermentés en chambres ; elle est nettement plus forte pour les produits de la fermentation en bancs. Elle dépasse fréquemment 20 % et peut atteindre 35 % de la teneur initiale (S2B).

La diminution de l'azote total provoquée par la fermentation a été constatée par la plupart des auteurs qui ont étudié la variation

des constituants azotés au cours du traitement du tabac. Cependant les pertes citées sont généralement plus faibles que celles trouvées pour le Paraguay : Pyriki (1954) cite une diminution de 0,8 à 2,6 %, Kanai et Kobata (1957) mentionnent une variation de 3,5 % pour le « Nambu » fermenté en masses. Dans le cas des tabacs allemands étudiés par Pyriki, il convient de remarquer que la fermentation est réalisée sur des feuilles à 17-19 % d'humidité pour l'artificielle et à 22-23 % pour la naturelle, c'est dire que lors de la mise en œuvre ces tabacs sont beaucoup plus secs que les tabacs français. Dans ces conditions, il est possible que des dégradations de nature microbienne puissent provoquer pour le Paraguay la perte de quantités d'azote plus importantes.

2. Azote insoluble. — Azote soluble total.

Quel que soit le mode de fermentation on constate en général une augmentation de la teneur en azote insoluble (tableau LI, page 137). Dans le traitement naturel en masses, l'insolubilisation semble être plus importante chez les feuilles médianes et hautes que chez les feuilles basses. Pour S2B en particulier les teneurs en azote insoluble avant et après fermentation sont très voisines ; cependant même dans ce cas, on peut constater que dans les échantillons prélevés au premier retournement l'azote insoluble avait augmenté par rapport au témoin non fermenté (1,29-1,43). On peut donc supposer que la diminution observée après le premier retournement est due à une dégradation ultérieure des protéines.

L'étude du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ (tableau LII et graphique XXIV) semble devoir apporter des renseignements plus constants. Dans tous les cas et quel que soit le mode de traitement, la fermentation provoque une augmentation de la proportion d'azote insoluble. Ce phénomène peut être causé soit par une insolubilisation réelle de certaines fractions azotées solubles (tableau LI), soit par une diminution de la quantité d'azote soluble total (tableau LIII). En réalité il est probable que les transformations dues à la fermentation sont beaucoup plus complexes, mais leur nature ne peut être précisée d'après les résultats obtenus dans cette étude ; cependant le comportement des feuilles basses de la parcelle S2 en fermentation naturelle permet de le supposer.

Azote insoluble et azote soluble total varient approximative-

ment de façon symétrique (graphique XXIII, page 135), mais dans le cas du traitement en masses, l'azote soluble diminue plus que l'azote insoluble n'augmente, ce qui explique la perte d'azote total constatée précédemment. En fermentation artificielle, les anomalies observées pour les résultats relatifs à l'azote total font que cette remarque ne s'applique pas. Cependant même dans ce cas, on constate une diminution de l'azote soluble total qui se produit généralement surtout au cours du stockage après emballage définitif (sauf pour S1B et S2B), et qui s'accompagne d'une insolubilisation certaine se traduisant par une augmentation de la teneur en azote insoluble (en % de la matière sèche avant fermentation) ; cette transformation provoque naturellement une augmentation du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$.

L'augmentation de l'azote insoluble provoquée par la fermentation a été constatée par Pyriki (1955) pour les tabacs allemands : l'insolubilisation y est plus importante en fermentation naturelle qu'en artificielle; Kanai et Kobata (1957) signalent une augmentation de 5,2 % pour le tabac japonais « Nambu » fermenté en masses. Tisnes (1956) sur divers types de tabacs cultivés en France et à l'Institut de Bergerac, Paraguay pour la plupart, trouve également un accroissement de la teneur en azote insoluble. Deux hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer cette insolubilisation : Roberts et Wood (1951) ont montré que les acides aminés pouvaient réagir avec les polyphénols pour former des corps macromoléculaires insolubles. Ils peuvent aussi s'unir aux sucres pour donner également des composés insolubles du type des substances mélanoïdes. D'après Frankenburg (1955) l'azote insoluble après fermentation serait constitué de 44 % de protéines et de 56 % de composés azotés non protidiques.

3. Fractions azotées solubles.

Azote ammoniacal. — La teneur en azote ammoniacal est souvent plus élevée après fermentation naturelle qu'avant. Cependant, si on analyse le phénomène, on s'aperçoit que cette fraction azotée augmente nettement jusqu'au premier retournement, parfois même jusqu'au second, puis qu'elle diminue ensuite jusqu'à l'emballage (tableau LIV, page 141). La diminution quoique plus lente se poursuit ensuite au cours du stockage.

Pour les tabacs qui subissent la fermentation en chambre, l'augmentation de la teneur en ammoniaque est également sensible pendant la phase active du traitement et jusqu'à l'emballage. Cependant, et ceci contribue à justifier les remarques faites précédemment quant à la stabilisation des produits en fermentation artificielle (chapitre III), on constate quelquefois au cours du stockage, principalement dans les feuilles hautes, une nouvelle formation d'ammoniaque, accompagnée vraisemblablement d'une certaine volatilisation qui contribue à faire diminuer la matière sèche, mais qui n'a pas été mise nettement en évidence ici, puisque la teneur en azote total a été trouvée pratiquement constante. Après un stockage de six mois en balles définitives, la teneur en azote ammoniacal, en % de la matière sèche actuelle ou en % de la matière sèche avant fermentation, est plus forte pour les tabacs fermentés artificiellement (graphique XXV, page 114) ; il n'est par conséquent pas impossible qu'une perte supplémentaire de matière sèche puisse résulter d'un stockage prolongé.

Azote amidé. — L'azote amidé diminue en général très vite au cours de la fermentation qu'elle soit artificielle ou naturelle. La perte continue d'ailleurs pendant le stockage après traitement (tableau LV, page 142, et graphique XXV).

L'augmentation de l'ammoniaque constatée précédemment est probablement liée à la disparition des amides qui semblent en être la principale source avec les acides aminés. Le mécanisme de ces transformations n'est pas connu, mais il est possible que des systèmes enzymatiques d'origine bactérienne puissent intervenir.

Nicotine. — La fermentation naturelle provoque chez tous les tabacs envisagés dans cet essai (tableau LVI, page 146) une diminution sensible de la nicotine ; la variation la plus importante s'observe entre le second retournement et le démontage des bancs de fermentation et ne semble pas se poursuivre activement pendant le stockage ultérieur (graphique XXV).

En fermentation artificielle, la diminution est beaucoup plus faible ; elle se poursuit au cours du stockage après emballage, mais il reste toujours davantage de nicotine dans les produits du traitement en chambres que dans ceux de la fermentation en bancs. Si on exprime les teneurs en nicotine en % de la matière sèche actuelle, elle sont de 10 à 30 % plus fortes pour les tabacs fermentés artificiellement.

Filip a trouvé en 1911 que la perte relative de nicotine pendant la fermentation était plus élevée chez les tabacs légers que chez les tabacs nourris, ce qui semble se confirmer ici où les feuilles hautes perdent relativement moins que les autres, tout au moins en fermentation naturelle. Pyriki (1955) a observé pour les tabacs allemands des pertes relativement faibles : 8,2 % en fermentation naturelle, 5,7 % en artificielle. Frankenburg et ses collaborateurs (1955) ont étudié les variations de la nicotine au cours de la fermentation du Connecticut Shade et du Pennsylvania Broadleaf ; d'après eux la nicotine, sous l'action d'enzymes, serait transformée en acide nicotinique et en dérivés pyridiniques insolubles. La dégradation de la nicotine pourrait d'ailleurs être influencée par des catalyseurs qui permettraient une dégradation pratiquement totale de l'alcaloïde. Les bactéries pourraient également avoir une influence sur le métabolisme de la nicotine au cours de la fermentation, en particulier chez le Paraguay où la teneur en eau lors de la mise en œuvre est relativement élevée.

Azote soluble résiduel. — Le tableau LVIII (page 149) montre la variation de cette fraction azotée qui contient en particulier l'azote aminé et l'azote des peptides de l'extrait trichloracétique. Ici encore on constate une diminution provoquée par la fermentation. En fermentation naturelle la variation est particulièrement importante entre le second retournement et le démontage des bancs ; elle est généralement plus faible en fermentation artificielle (graphique XXV).

ACIDES AMINÉS LIBRES

Les observations qualitatives que j'exposerai ici n'ont pas été faites sur les mêmes échantillons que les dosages évoqués jusqu'à présent. Les acides aminés ont été étudiés par chromatographie sur papier sur des tabacs des campagnes de culture 1957 et 1958 et ont fait l'objet de publications dans les *Annales de l'Institut Expérimental du Tabac de Bergerac* (Viart, 1959-1960).

Après purification des extraits sur résine échangeuse d'ions, on avait réalisé une chromatographie ascendante à deux dimensions. Le premier solvant, utilisé précédemment par Tisnes (1955), était le mélange butanol-acide formique-eau (85-17-15). Pour la seconde dimension, on avait adopté la technique de Menoret (1956),

TABLEAU LIX

Évolution des acides aminés libres au cours du séchage des feuilles de Paraguay

		Feuilles basses				Feuilles médianes				Feuilles hautes			
		Récolte	Jaunissement	Brunissement	Dépente	Récolte	Jaunissement	Brunissement	Dépente	Récolte	Jaunissement	Brunissement	Dépente
1	Cystéine	00	00	0	00	0	0	00	0	tr	0	000	tr
2	Asparagine	—	000	000	000	—	0000	0000	000	tr	000	0000	0000
3	Lysine	tr	tr	—	—	0	—	—	—	tr	.	—	.
4	Ac. aspartique	tr	00	0	000	tr	0	0	00	—	0	0	000
5	Ac. glutamique	0	00	00	000	0	0	0	000	tr	0	00	000
6	Sérine	0	000	00	00	0	000	00	000	tr	00	000	00
7	Glycocolle	tr	0	tr	0	tr	tr	tr	0	tr	—	tr	tr
8	Thréonine	00	00	0	0	00	00	0	00	00	00	000	00
9	Glutamine	00	0000	0000	0000	00	0000	0000	0000	00	0000	00000	00000
10	Alanine	0000	0000	0000	0000	00000	000	0000	0000	00000	000	00000	0000
11	β-alanine	tr	0	tr	tr	tr	tr	tr	tr	tr	0	00	0
12	Ac. γ-aminobutyrique..	0000	00	00	00	00000	00	000	000	00000	000	00000	0000
13	Valine.....	00	00	0	0	00	00	tr	tr	00	0	0	tr
14	Phenylalanine	tr	0000	000	000	0	00000	0000	0000	0	0000	0000	0000
15	Leucine	00	00	—	tr	000	0	—	?	000	0	0	—
16	Proline	00	00000	0000	0000	000	00000	00000	0000	000	0000	00000	00000
17	Cystine	0	00	0	0	00	0	tr	tr	tr	—	tr	—
18	Tryptophane	tr	0	tr	tr	—	00	0	0	—	—	0	0
19	Tyrosine.....	—	0	tr	—	tr	0	0	tr	tr	tr	0	—
20	—	—	tr	—	—	tr	—	—	—	—	tr ?	tr	tr
21	—	—	—	—	tr	—	tr	tr	tr	—	—	tr	tr

traitement préalable du papier par une solution tampon (borate) de pH = 8,3 et développement de la deuxième dimension par le mélange métacrésol-phénol-tampon borate 8,3 (60g - 30g - 15 cc).

Les chromatogrammes des extraits de tabac stabilisé dès la récolte montrent que tous les acides aminés libres dont les variations sont observées par la suite au cours du séchage et de la fermentation, sont représentés à ce stade (photographies 1 et suivantes). Les spots les plus importants sont obtenus pour la leucine, la proline, l'alanine et l'acide γ-aminobutyrique, mais on y trouve également la cystine et la cystéine, la thréonine, la glutamine, la valine, et en quantités apparemment beaucoup plus faibles la sérine, la lysine et l'acide glutamique.

Variation au cours de la dessiccation.

Pendant la dessiccation les acides aminés ne se comportent pas tous de la même façon. Leur évolution est résumée au tableau LIX.

Les signes employés indiquent l'aspect des taches :

— = pas de tache apparente
tr = tache à peine perceptible
0 = tache très faible
00 = tache faible
000 = tache assez importante
0000 = tache importante
00000 = tache très importante

La cystéine semble augmenter légèrement au début puis diminuer vers la fin du séchage, tandis que la cystine diminue constamment.

L'asparagine, généralement absente à la récolte, apparaît dès les premiers jours du traitement, s'accroît rapidement pour se stabiliser dix jours environ après la mise à la pente, c'est-à-dire vers la fin du jaunissement.

La lysine disparaît très rapidement et on n'en trouve pratiquement plus trace lorsque le tabac est jaune.

L'acide aspartique ne se manifeste à la récolte qu'à l'état de traces. En fin de séchage on le trouve généralement en quantité assez importante mais son augmentation semble se produire à des stades différents pour les feuilles des divers étages, en fait plus tardivement pour les hautes. Parallèlement la période de formation d'asparagine semble plus longue pour ces dernières.

Le spot correspondant à l'acide glutamique s'intensifie assez régulièrement au cours du traitement.

La sérine augmente assez rapidement pendant le jaunissement, puis elle se stabilise et diminue même légèrement à la fin de la dessiccation.

Le glycocolle semble s'accroître, mais n'est pourtant généralement représenté sur les chromatogrammes que par une tache à peine perceptible.

La thréonine, relativement abondante lors de la récolte, diminue au cours du séchage après avoir augmenté pendant la période de jaunissement. Dans les feuilles hautes elle paraît ne pas sensiblement varier.

La glutamine existe déjà dans les feuilles fraîchement récoltées ; elle augmente rapidement pendant les quatre premiers jours du séchage et demeure ensuite pratiquement constante.

L'alanine (α-alanine) est l'acide aminé qui donne la tache la plus importante à la récolte pour tous les étages foliaires. Elle diminue peut-être légèrement en fin de dessiccation. La β-alanine est présente constamment dans tous les tabacs étudiés ; elle se manifeste toujours par une très faible tache, sauf à la fin du traitement des feuilles hautes où elle apparaît plus nettement.

L'acide γ-aminobutyrique donne, pour les premiers stades, un spot dont l'importance égale celle du spot de l'α-alanine. Toutefois cet acide diminue assez nettement, sauf dans le cas des feuilles hautes, à partir de la fin du jaunissement.

La valine est toujours présente au début du traitement ; elle augmente pendant les premiers jours qui suivent la récolte, puis diminue assez nettement et ne présente à la dépente qu'une très faible tache.

La phénylalanine, pratiquement inexistante à la récolte apparaît dès le second jour du séchage, voit son importance s'accroître rapidement, puis semble se stabiliser à partir de la fin du jaunissement.

La leucine est assez importante au moment de la cueillette ; elle diminue très rapidement après la mise à la pente, surtout pour les feuilles basses. A la dépente elle semble être entièrement disparue, ou ne présente plus qu'un spot très peu visible.

La proline toujours présente au début s'accroît dès les tout premiers jours et ne varie guère par la suite.

Le tryptophane ne se manifeste que faiblement sur tous les

chromatogrammes. Cependant il paraît être un peu plus important en fin de séchage des feuilles médianes et hautes.

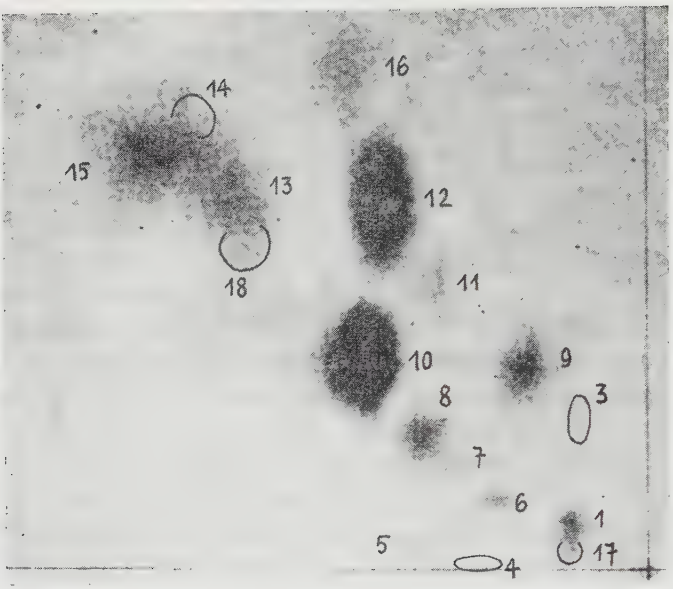
Enfin la tyrosine reste toujours peu importante.

L'acide 20 indéterminé (RF : 0,22-0,59) n'existe qu'au début du traitement et il n'est qu'à peine perceptible. Il disparaît dès la fin du jaunissement sauf dans les feuilles hautes où il subsiste jusqu'à la dépente. L'acide 21 indéterminé lui aussi (RF : 0,26-0,49) semble n'apparaître que lorsque l'acide 13 a disparu c'est-à-dire à la fin du jaunissement. Pour les feuilles hautes, ces deux acides coexistent cependant en fin de séchage.

Les chercheurs de la station de Rustenburg (Afrique du Sud) ont mis en évidence en quantités assez importantes dans leur tabac (type Virginie) : à la récolte, les acides aspartique, glutamique, γ-aminobutyrique et la sérine ; dans les produits secs, la phénylalanine, la proline et surtout l'asparagine et la glutamine (1954), Michl et Kuhn (1954) ont trouvé dans quatre types de tabacs (Virginie, Burley, Xanthi et Havane) 24 acides aminés différents ; l'α-alanine, les acides aspartique, glutamique et γ-aminobutyrique sont généralement présents en quantités appréciables. Giovannozzi-Sermanni (1955) met en évidence dans les tabacs italiens pour capes de cigares cultivés sous toile, de la taurine, de la citrulline et de l'ornithine, de la méthionine, de l'histidine et de l'arginine ; par contre, il ne signale pas la présence d'acide glutamique, de glutamine, de leucine et de valine.

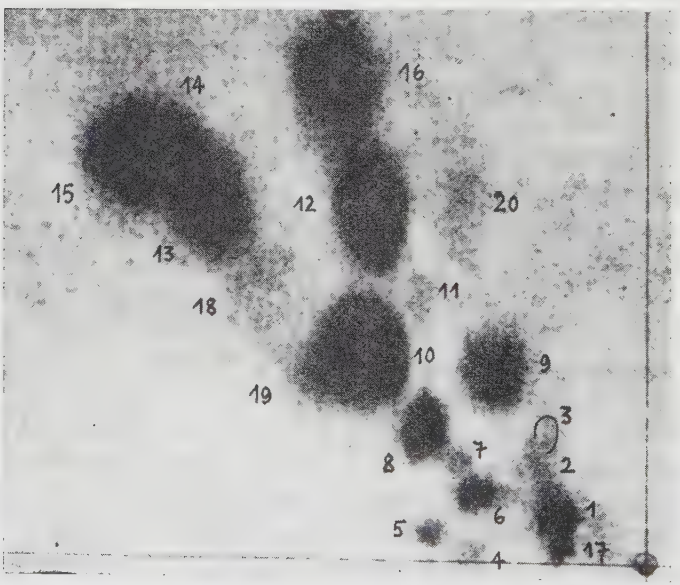
En général, tous les acides aminés présentent des spots plus intenses après quelques jours de séchage, à un stade qui se situe approximativement à la fin du jaunissement (photographies 2 et 3). Ceci correspond vraisemblablement à la phase la plus active de la protélyse qui semble commencer dès la cueillette. Les résultats quantitatifs exposés précédemment montrent que pendant cette période, la quantité d'azote soluble total augmente considérablement (tableau LIII). L'étude de la variation d'azote amidé (tableau LV) confirme par ailleurs les observations qualitatives faites dans ce chapitre.

Enfin pendant le brunissement et jusqu'à la dépente, la plupart des acides aminés ont tendance à diminuer (photographies 4 et 5). La protéolyse est alors probablement stoppée ou moins intense et n'intervient pas pour maintenir le stock soumis à désamination. Selon leur nature, les divers aminoacides évoluent plus ou moins. Au moment de la dépente certains ont pratiquement disparu :



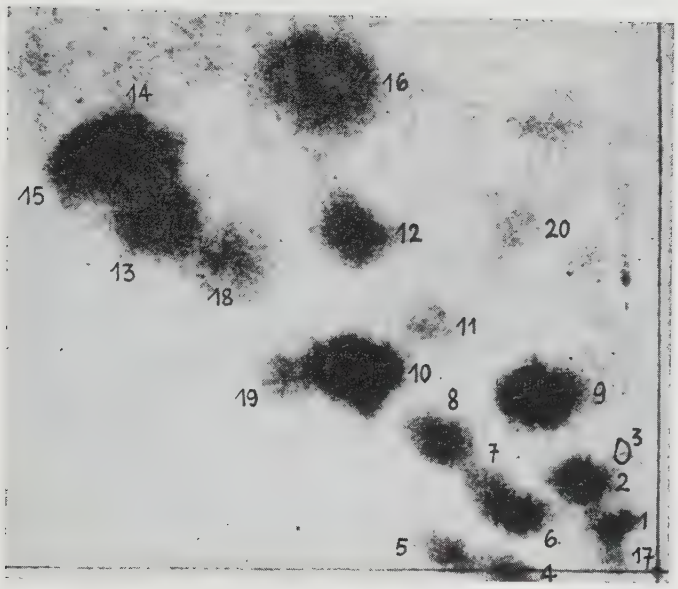
PHOTOGRAPHIE I

Feuilles basses prélevées le jour de la récolte



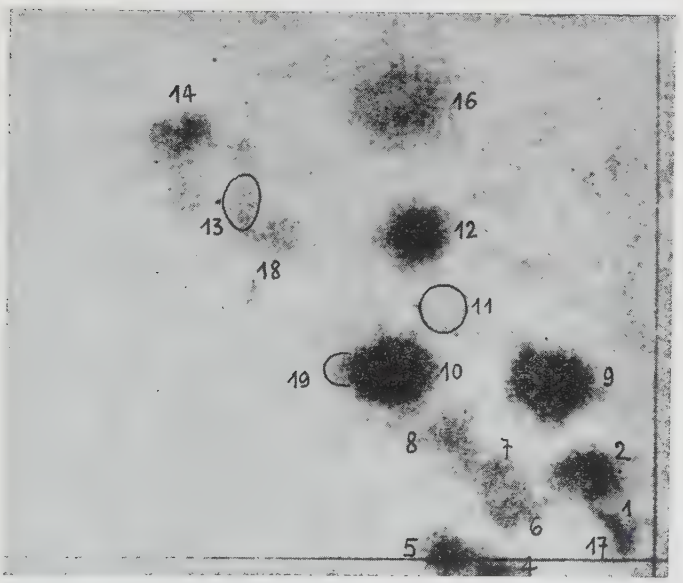
PHOTOGRAPHIE 2

Feuilles basses prélevées au séchoir deux jours après la récolte



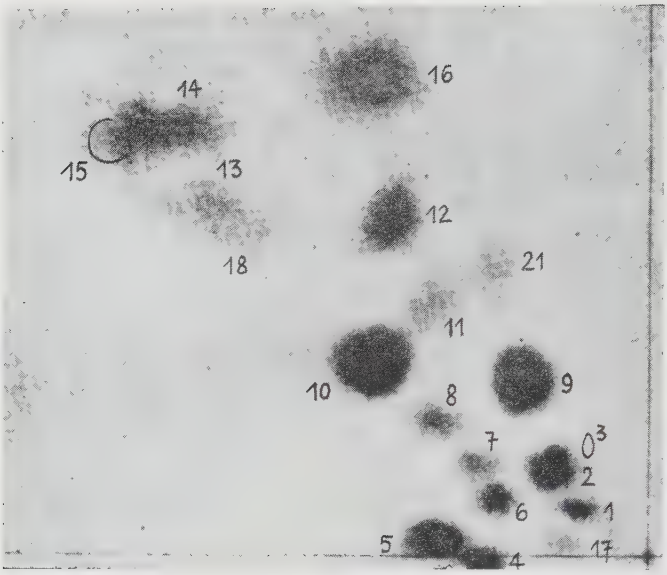
PHOTOGRAPHIE 3

Feuilles basses prélevées à la fin du jaunissement



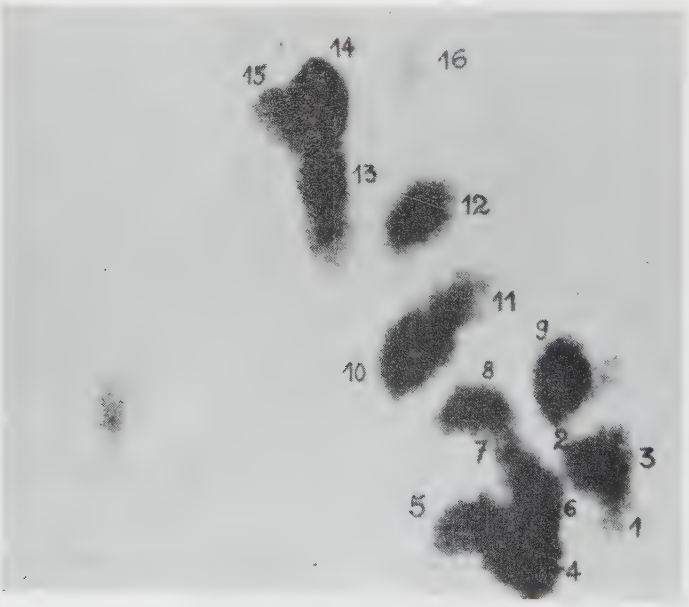
PHOTOGRAPHIE 4

Feuilles basses prélevées à la fin du brunissement



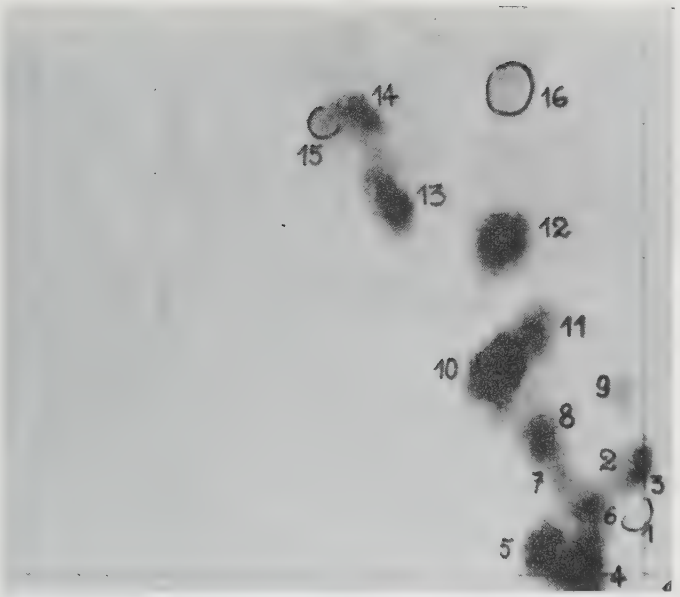
PHOTOGRAPHIE 5

Feuilles basses prélevées à la dépente

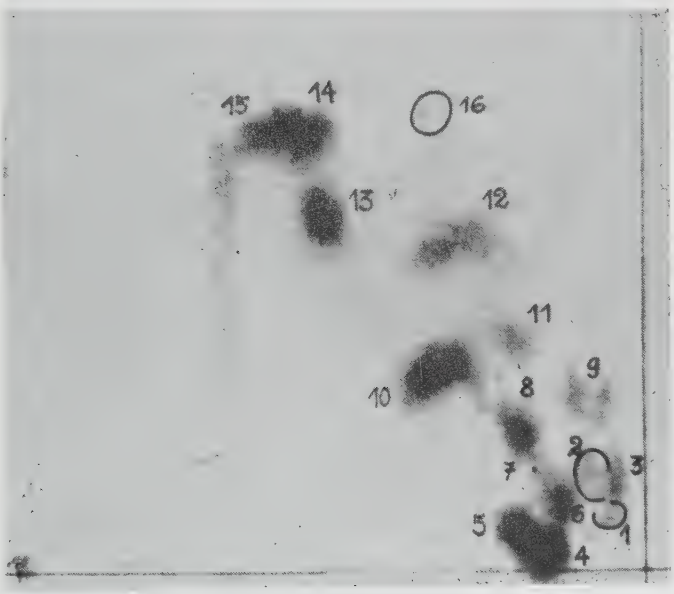


PHOTOGRAPHIE 6

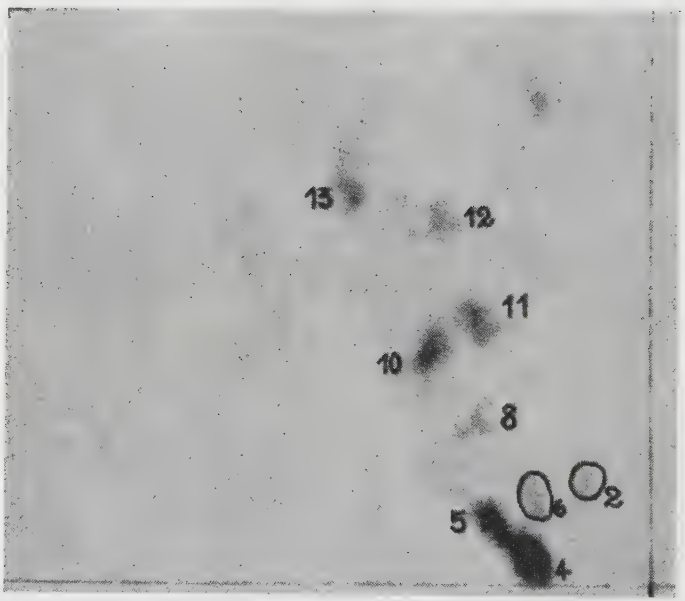
Tabacs nourris prélevés avant la mise en fermentation



PHOTOGRAPHIE 7
Tabacs nourris prélevés
à la sortie des chambres de fermentation artificielle

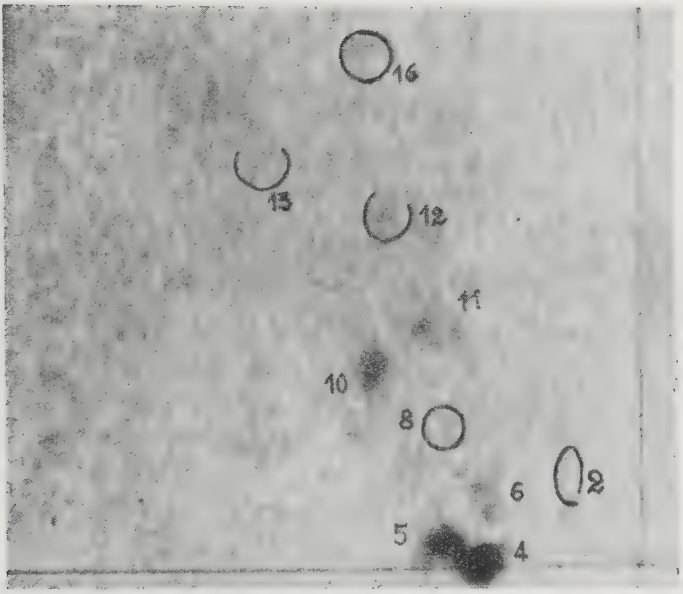


PHOTOGRAPHIE 8
Tabacs nourris prélevés
au premier retournement en fermentation naturelle

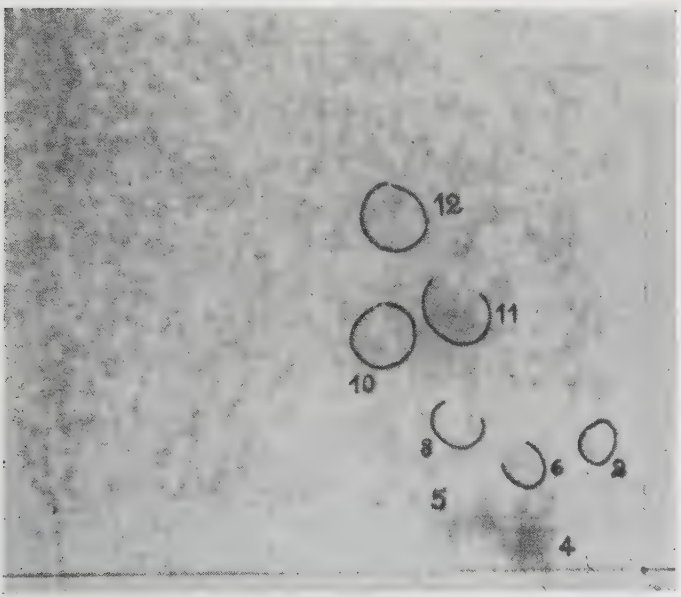


PHOTOGRAPHIE 9

Tabacs nourris prélevés
au démontage des bancs de fermentation naturelle



PHOTOGRAPHIE 10
Tabacs nourris fermentés artificiellement prélevés après stockage (18 *mois*)



PHOTOGRAPHIE 11
Tabacs nourris fermentés naturellement prélevés après stockage (15 *mois*)

c'est le cas en particulier de la valine et de la leucine. La diminution de l'azote soluble résiduel constatée précédemment semble justifier cette observation (tableau LVIII).

Les différents étages foliaires ne se distinguent pas qualitativement mais quantitativement. Les spots relatifs aux acides aminés des feuilles hautes sont plus importants que ceux des médianes et surtout des basses.

Il semble que l'inventaire des acides aminés ne soit pas une caractéristique absolue du tabac, mais que leur nature et leur comportement sont susceptibles de varier suivant les conditions de culture et de séchage ; d'autre part les caractères variétaux influent probablement sur la qualité et la quantité de l'azote aminé.

Variation au cours de la fermentation.

Le tableau LX montre l'évolution des acides aminés au cours de la fermentation du Paraguay et après stockage.

On voit très nettement que les acides disparaissent ou diminuent considérablement pendant la fermentation naturelle (photographies 6 et 9) ; les acides aspartique et glutamique paraissent plus stables que les autres ainsi que l'a mentionné Tisnes (1955).

Au cours du séjour des tabacs en chambre chaude, on constate aussi une diminution mais beaucoup moins importante que dans le cas de la fermentation naturelle, sauf pour l'asparagine et surtout la glutamine qui disparaissent presque complètement (photographie 7).

Après un stockage de six mois environ, la carte de l'azote aminé des tabacs fermentés artificiellement ressemble beaucoup à celle des tabacs fermentés naturellement. Quelques légères différences subsistent pour les tabacs nourris (photographies 10 et 11), mais pour les produits plus maigres, les chromatogrammes sont pratiquement identiques.

Si on ne considère que la phase active du traitement, le comportement au cours de la fermentation artificielle peut paraître différent de celui des tabacs traités naturellement en masses. Cependant l'étude des stades intermédiaires permet d'établir un rapprochement entre le tabac à la sortie des chambres en fermentation artificielle et le tabac au premier retournement en fermentation naturelle ; les photographies 7 et 8 représentent les chromatogrammes relatifs aux échantillons prélevés à ces époques ; elles sont très comparables.

TABLEAU LX

Évolution des acides aminés libres du Paraguay au cours de la fermentation naturelle et artificielle et après stockage

		Tabac nourri					Tabac maigre				
		Avant fermentation	Fermentation artificielle		Fermentation naturelle		Avant fermentation	Fermentation artificielle		Fermentation naturelle	
			Sortie des chambres	Après 6 mois de stock.	Démontage des bancs	Après 4 mois de stock.		Sortie des chambres	Après 6 mois de stock.	Démontage des bancs	Après 4 mois de stock.
1	Cystéine	tr	tr	—	—	—	tr	tr	—	—	—
2	Asparagine	000	0	tr	tr	tr	00	tr	tr	—	tr
3	Lysine	0	0	tr	—	—	0	tr	—	—	—
4	Ac. aspartique	00000	000	00	000	00	000	0	0	0	0
5	A. glutamique	0000	000	0	00	0	000	00	0	0	0
6	Sérine	000	0	tr	0	tr	00	0	tr	—	tr
7	Glycocolle	0	tr	tr	tr?	—	0	0	—	—	—
8	Thréonine	000	00	tr	tr	—	00	0	tr	—	—
9	Glutamine	0000	tr	—	—	—	000	tr	—	—	—
10	Alanine	00000	0000	0	00	tr	0000	000	tr	tr	tr
11	β-alanine	0	0	tr	tr	tr	tr	tr	tr	—	tr
12	Ac. γ-aminobutyrique	0000	000	tr	0	—	0000	000	tr	tr	tr
13	Valine	000	00	—	tr	—	000	00	—	—	—
14	Phénylalanine	00000	00	—	—	—	000	0	—	—	—
15	Leucine	00	0	—	—	—	0	0	—	—	—
16	Proline	000	000	tr	—	—	00	0	—	—	—

Il est donc permis de penser que la fermentation en chambre chaude telle qu'elle est pratiquée en France est un processus incomplet, qui n'aboutit pas à la stabilisation des produits.

Les divers résultats quantitatifs relatifs aux constituants azotés, ainsi que les observations faites sur la variation de la matière sèche (chapitre III) confirment cette hypothèse. On a constaté que des transformations chimiques se poursuivent encore au cours du stockage ; leur effet est de rapprocher au point de vue chimique les tabacs traités artificiellement de ceux qui subissent la fermentation naturelle.

CHAPITRE VI

EXTRAIT A L'ÉTHER DE PÉTROLE

L'extraction à l'éther de pétrole appliquée à la poudre de tabac ne conduit pas à un dosage spécifique. En effet, de nombreuses substances sont ainsi extraites : paraffines, terpènes, alcools, acides gras, acides phénoliques, cires, graisses et huiles, résines, stérols, pigments, alcaloïdes et acides libres (malique, citrique). Cependant une telle détermination est intéressante car la plupart des corps qui sont susceptibles d'être solubilisés par l'éther de pétrole, n'entrent dans aucune des catégories étudiées plus en détail, la nicotine mise à part.

Dans le présent travail, on peut admettre que l'extrait représente essentiellement des cires, des résines et des graisses, la fraction libre de la nicotine ayant vraisemblablement été éliminée par volatilisation lors de la stabilisation à 100°C. Les variations observées au cours des traitements ne doivent pas être considérées comme une perte absolue car elles peuvent ne correspondre qu'à une insolubilisation de certaines fractions.

Teneurs a la récolte.

Les constituants solubles dans l'éther de pétrole sont plus abondants dans les feuilles hautes que dans les autres feuilles (tableau LXI). Cependant dans les feuilles basses de S2 récoltées en premier (S2B1-S2B2-S2B3) on trouve des teneurs assez élevées (graphique XXVI). D'autre part chez ces mêmes feuilles basses, l'extrait à l'éther de pétrole semble diminuer avec la maturité

TABLEAU LXI

Évolution de l'extrait à l'éther de pétrole au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Perte en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	4,5	4,2	3,0	33	—	—	—	—	—
S1B1	5,0	4,5	3,2	36	S2B1	5,5	2,7	2,0	64
S1B2	5,3	4,3	3,2	40	S2B2	6,0	2,9	2,2	63
S1B3	5,7	4,6	3,8	33	S2B3	5,1	3,2	2,4	53
S1B4	5,5	4,2	3,4	38	S2B4	4,9	3,4	2,6	47
S1B5	5,4	4,3	3,4	37	S2B5	4,6	3,5	2,6	43
S1M1	4,1	3,5	2,6	37	S2M1	4,2	3,0	2,2	48
S1M2	4,8	3,8	3,0	38	S2M2	3,9	3,2	2,4	38
S1M3	4,8	3,9	3,1	35	S2M3	4,3	3,5	2,5	42
S1H1	6,1	3,6	3,1	49	S2H1	4,3	3,2	2,3	47
S1H2	6,5	4,3	3,7	43	S2H2	5,0	3,4	2,8	44
S1H3	7,0	4,5	4,0	43	S2H3	5,3	4,0	3,3	38
S1MT	4,4	4,0	3,1	30	S2MT	3,7	3,4	2,4	35
S1HT	5,6	3,8	3,1	45	S2HT	4,2	3,6	2,6	38

alors qu'il augmente dans tous les autres cas, sauf pour les médianes de S2 où il est pratiquement constant (1).

Pour les feuilles des lots HT, feuilles hautes récoltées en même temps que les feuilles inférieures, on remarque que la teneur en substances solubles dans l'éther est faible et qu'elle correspond à celle des feuilles les moins mûres de même étage mais récoltées isolément.

(1) Dans la parcelle S2, j'ai souvent constaté pour les médianes un comportement intermédiaire, entre celui des feuilles basses et celui des feuilles hautes. Comme la maturité a souvent eu une influence opposée sur les basses et les hautes, les teneurs des médianes subissent généralement peu de variations.

Variation au cours de la dessiccation.

On constate dans tous les cas une perte supérieure à 30 % de la teneur initiale. Pour S2B1, S2B2 et S2B3 dont la teneur paraît trop élevée par rapport aux autres feuilles basses, on remarque des pertes beaucoup plus fortes dépassant 50 et même 60 % (graphique XXVI). Ceci laisse supposer que la composition de l'extrait pour ces récoltes n'est pas la même que pour l'ensemble des cueillettes et qu'elles contiennent en proportion plus importante que les autres feuilles des substances susceptibles de se transformer facilement au cours du séchage.

Si on considère la teneur en fin de séchage exprimée en % de la matière sèche initiale, on trouve systématiquement des valeurs plus élevées pour les tabacs les plus mûrs. L'augmentation est régulière ; la seule anomalie est observée pour le lot S1B3 qui a fait l'objet de nombreuses remarques dans les chapitres précédents et qu'il faut considérer comme aberrant dans son comportement au séchoir.

L'extrait à l'éther de pétrole semble donc comporter une fraction labile qui diminue et une fraction plus stable qui augmente régulièrement en fonction de la maturité.

Dans chaque parcelle, les médianes MT ont une teneur finale comparable aux médianes mûres, tandis que les hautes HT semblent correspondre à des tabacs non mûrs.

Le tableau LXII montre que la variation est particulièrement rapide au début du séchage, pendant le jaunissement ; la diminution est encore sensible pendant le brunissement et la teneur se stabilise pratiquement ensuite (graphique XXVII).

Ces résultats ne paraissent pas aberrants lorsqu'on les compare à ceux qui ont été obtenus à l'étranger sur des tabacs d'origines très diverses. Sur le tabac du Connecticut, Vickery et Meiss (1953) ont trouvé qu'après les huit premiers jours de séchage l'extrait à l'éther de pétrole avait diminué de 50 %. En 1931, Vickery et Pucher avaient constaté une diminution de 20 % pour des tabacs de capes séchés en feuilles. Sur Scafati 7, Sumatra et Round Tip cultivés sous toile, Verdura (1955) signale une variation de 30 %, tandis que Mohr, en 1903, a trouvé pour des tabacs allemands séchés en tiges, une perte atteignant 50 %.

Ishitoya (1960) sur du tabac destiné au séchage à l'air chaud trouve que la teneur en cires et résines augmente à surmaturité.

TABLEAU LXII

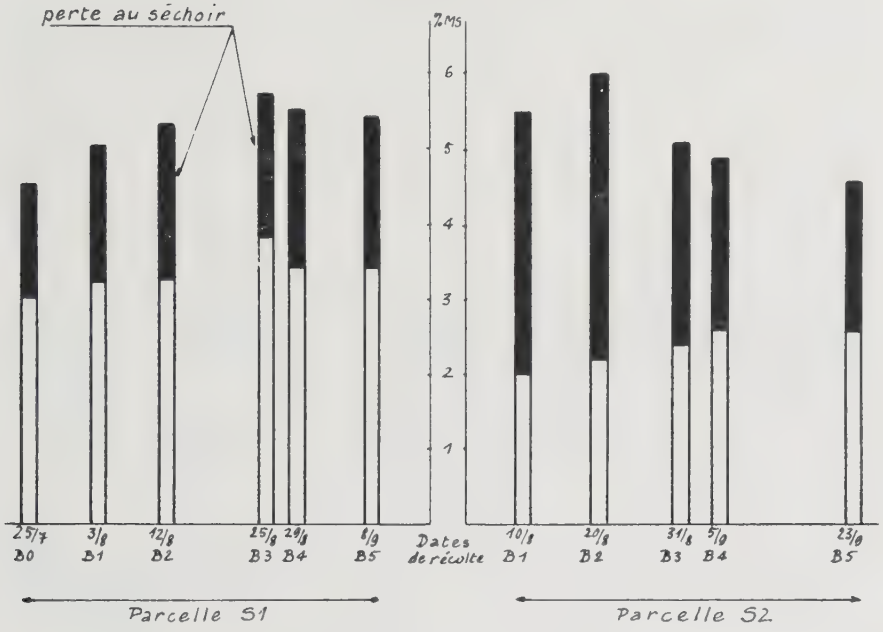
Évolution de l'extrait de l'éther de pétrole au cours du séchage et de la fermentation

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	5,0	4,5	5,4	5,0	4,5	5,4			
Jaunissement	4,1	4,2	3,9	3,1	3,6	3,9			
Brunissement	3,8	3,6	3,6	3,0	3,0	3,1			
Dépente	3,8	3,3	3,6	2,8	2,6	3,1			
Avant fermentation	3,8	3,2	3,3	2,7	2,5	2,8			
Avant fermentation	3,9	3,2	3,3	2,8	2,5	2,8	3,9	3,2	3,3
Sortie des chambres FA	3,5	2,8	3,3	2,5	2,2	2,8	3,5	2,8	3,3
Emballage après FA	3,4	2,8	3,1	2,4	2,2	2,6	3,3	2,8	3,1
Premier retournement en FN.	3,3	2,8	3,1	2,3	2,2	2,6	3,2	2,8	3,1
Deuxième retournement en FN	3,2	2,8	3,3	2,3	2,2	2,8	3,2	2,8	3,3
Emballage après FN	3,4	3,0	2,8	2,2	2,1	2,2	3,1	2,7	2,6
Avant fermentation	4,0	3,3	3,3	2,9	2,6	2,8	4,0	3,0	3,3
Emballage après FA	3,9	3,0	3,0	2,8	2,3	2,6	3,9	3,0	3,0
Tabacs ferm. art. ap. stockage	4,0	3,6	3,3	2,7	2,6	2,6	3,8	3,3	3,1
Emballage après FN	3,6	3,0	3,2	2,3	2,1	2,5	3,3	2,7	2,9
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	3,9	3,6	3,2	2,5	2,5	2,5	3,5	3,2	2,9

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	4,8	4,3	5,2	4,8	4,3	5,2			
Jaunissement	3,5	3,5	3,5	3,0	3,1	3,2			
Brunissement	2,9	2,6	3,0	2,2	2,1	2,6			
Dépente	2,9	2,9	3,0	2,2	2,2	2,5			
Avant fermentation	2,8	3,1	2,7	2,1	2,3	2,2			
Avant fermentation	2,7	3,0	2,8	2,0	2,2	2,3	2,7	3,0	2,8
Sortie des chambres FA	2,4	2,5	2,5	1,8	1,9	2,0	2,4	2,5	2,5
Emballage après FA	2,4	2,6	2,5	1,8	1,9	2,0	2,4	2,6	2,5
Premier retournement en FN.	2,3	2,4	2,6	1,7	1,7	2,1	2,3	2,3	2,6
Deuxième retournement en FN	2,3	2,5	2,9	1,7	1,8	2,3	2,3	2,4	2,8
Emballage après FN	2,3	2,3	2,8	1,6	1,6	2,1	2,2	2,1	2,6
Avant fermentation	2,7	2,7	2,9	2,0	2,0	2,4	2,9	2,7	2,9
Emballage après FA	2,4	2,2	2,8	1,8	1,6	2,3	2,8	2,2	2,8
Tabacs ferm. art. ap. stockage	2,9	2,4	3,0	2,1	1,7	2,4	2,7	2,3	2,9
Emballage après FN	2,2	2,2	3,0	1,6	1,5	2,3	2,3	2,0	2,8
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	2,9	2,2	3,1	2,0	1,5	2,3	2,5	2,0	2,9

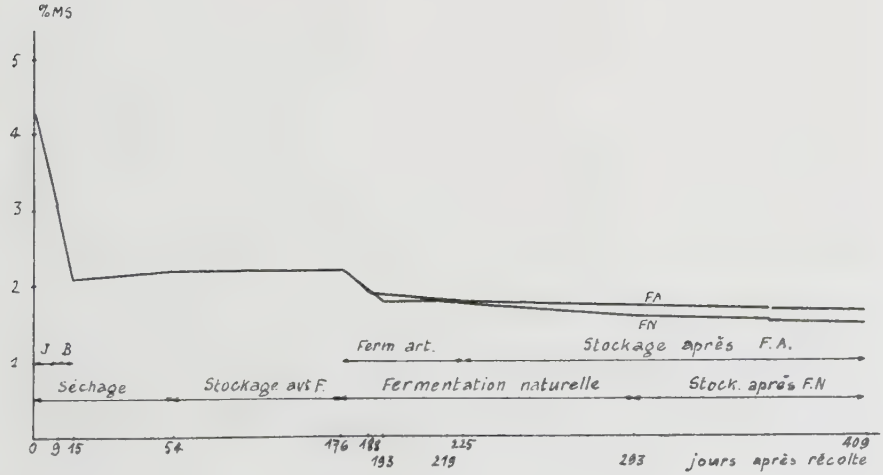
GRAPHIQUE XXVII

Variation de l'extrait à l'éther de pétrole à la récolte et aprés séchage en fonction de la maturité (Feuilles basses)



GRAPHIQUE XXVII

Variation de l'extrait à l'éther de pétrole pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)



Variation au cours de la fermentation.

Pendant la fermentation artificielle ou naturelle (tableau LXII et graphique XXVII) l'extrait à l'éther de pétrole diminue. La variation est assez faible, de l'ordre de 10 à 20 %. Dans certains cas on constate ensuite, au cours du stockage des tabacs fermentés, une légère augmentation de la quantité de substances susceptibles d'être dosées. Après stockage, les teneurs des tabacs fermentés par l'un ou l'autre procédé sont voisines. La perte totale constatée depuis la récolte est en général supérieure à 50 % (65 % en S2M).

Les recherches effectuées sur cet ensemble de constituants ne permettent pas d'émettre une hypothèse sur la nature des transformations qui se produisent au cours de la préparation des tabacs. Ces substances, sommairement étudiées dans ce chapitre, ont probablement une influence sur le goût des tabacs, et leurs variations au cours des traitements mériteraient donc une étude plus détaillée.

CHAPITRE VII

ACIDES ORGANIQUES

Dans ce chapitre, outre l'étude des acides organiques, seront envisagés certaines déterminations potentiométriques ou titrimétriques : pH, alcalinité des cendres, acidité de titration, susceptibles de traduire une transformation de ces acides.

Les diverses mesures n'ont pas toutes été effectuées sur l'ensemble des échantillons ; d'autre part les résultats portant sur l'acidité de titration n'ont pas été obtenus sur les tabacs étudiés dans cet essai, mais sur des échantillons constitués à partir de feuilles de la campagne de culture 1957 et destinés à l'étude de la fermentation.

La présentation de ce chapitre sera donc différente de celle des précédents, et les diverses déterminations seront étudiées successivement dans leur ensemble.

Variations du pH.

Étant donné sa teneur élevée en acides organiques (15 à 20 % selon divers auteurs), le tabac a un fort pouvoir tampon. Les variations du pH constatées en cours de traitement sont donc généralement faibles.

Il n'est pas possible, d'après les valeurs du tableau LXIII, de mettre en évidence une action nette de la maturité sur le pH. Une tendance à l'augmentation semble pouvoir se dégager mais un certain nombre de récoltes présentent dans ce cas un comportement aberrant : S2B5, S2M3, S2H1.

Le séchage provoque toujours une augmentation sensible du pH. Cependant le tableau LXIV montre que cette augmentation est la résultante de deux variations : acidification au début du traitement, alcalinisation après le jaunissement ou le brunissement (graphique XXIX).

TABLEAU LXIII

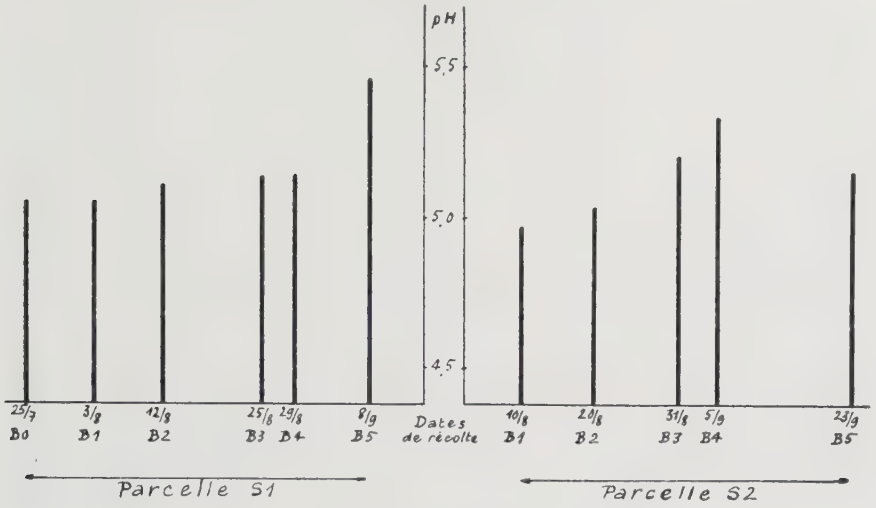
Évolution de pH au cours du séchage en fonction de la maturité

Parcelle S1			Parcelle S2		
	Récolte	Dépente		Récolte	Dépente
S1B0	5,05	5,35	—	—	—
S1B1	5,05	5,50	S2B1	5,00	5,50
S1B2	5,10	5,60	S2B2	5,05	5,50
S1B3	5,15	5,50	S2B3	5,20	5,75
S1B4	5,15	5,65	S2B4	5,35	5,60
S1B5	5,45	5,90	S2B5	5,15	5,65
S1M1	5,05	5,35	S2M1	5,05	5,40
S1M2	5,10	5,40	S2M2	5,30	5,60
S1M3	5,30	5,70	S2M3	5,15	6,05
S1H1	5,20	5,35	S2H1	5,15	5,35
S1H2	5,20	5,45	S2H2	5,05	5,60
S1H3	5,25	5,60	S2H3	5,15	5,60
S1MT	5,35	5,45	S2MT	5,35	5,60
S1HT	5,30	5,25	S2HT	5,20	5,40

Les tabacs fermentés et stockés ont toujours un pH supérieur à celui déterminé avant fermentation. A la sortie des chambres de fermentation artificielle ainsi qu'au premier ou second retournement en fermentation naturelle, le tabac est devenu plus acide qu'avant la mise en œuvre. Pendant la troisième phase du traitement en bancs, le pH augmente considérablement ; l'évolution se poursuit dans le même sens par la suite au cours du stockage en balles définitives et les valeurs atteintes peuvent être finalement très élevées et dépasser 7, ce qui est observé au tableau LXIV pour les feuilles basses des deux parcelles. Certains résultats exposés par Tisnes (1956) mettent aussi en évidence des pH alcalins, toujours pour des feuilles basses fermentées naturellement. Au cours du stockage des tabacs traités en chambres, le pH tend également à augmenter, mais jamais dans les mêmes proportions que pour les produits de la fermentation en bancs (graphique XXIX).

GRAPHIQUE XXVIII

Variation du pH à la récolte en fonction de la maturité
(Feuilles basses)



GRAPHIQUE XXIX

Variation du pH pendant le séchage et la fermentation
(Feuilles médianes de S2)

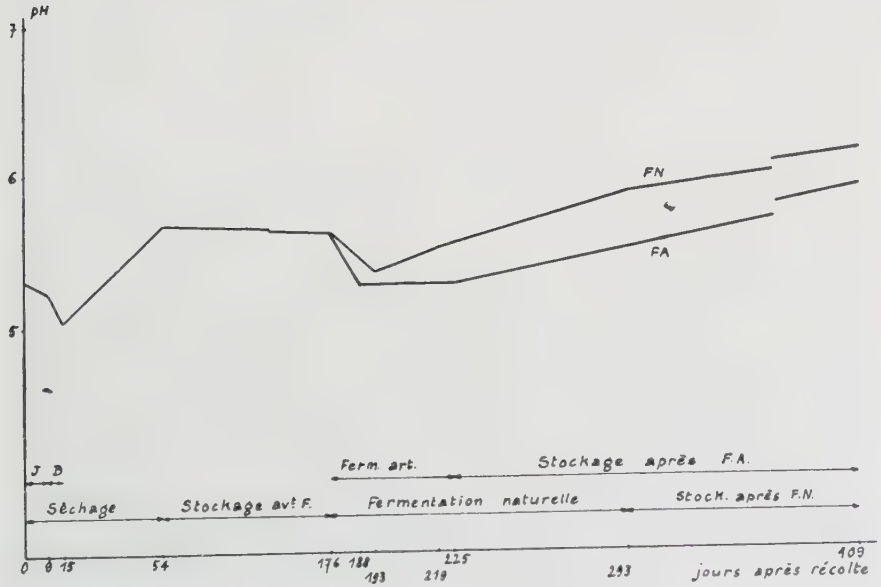


TABLEAU LXIV

Évolution du pH au cours du séchage et de la fermentation

	Parcelle S1			Parcelle S2		
	S1B	S1M	S1H	S2B	S2M	S2H
Récolte	5,30	5,30	5,40	5,25	5,30	5,10
Jaunissement	5,20	5,15	5,10	5,20	5,25	5,10
Brunissement	5,30	5,20	5,30	5,25	5,05	5,10
Dépente	5,45	5,35	5,35	5,70	5,65	5,30
Avant fermentation	5,55	5,35	5,15	5,80	5,60	5,35
Avant fermentation	5,60	5,40	5,15	5,75	5,60	5,40
Sortie des chambres FA	5,50	5,15	5,10	5,50	5,30	5,20
Emballage après FA	5,40	5,10	5,05	5,50	5,20	5,30
Premier retournement en FN	5,50	5,25	5,10	5,60	5,35	5,35
Deuxième retournement en FN	5,35	5,15	5,10	5,70	5,55	5,40
Emballage après FN	6,10	6,15	5,70	5,90	5,90	5,70
Avant fermentation	5,60	5,30	5,20	5,85	5,65	5,35
Emballage après FA	5,40	5,25	5,15	5,45	5,35	5,25
Tabacs ferm. art. après stockage	6,05	6,00	5,85	5,85	5,90	5,75
Emballage après FN	6,25	5,95	5,90	5,90	5,95	5,85
Tabacs ferm. nat. après stockage	7,10	6,25	6,10	7,80	6,20	6,45

Alcalinité des cendres.

La détermination de l'alcalinité des cendres peut être considérée comme une méthode approximative de dosage global des acides organiques combinés.

Le tableau LXV montre que la somme des cations contenus dans les cendres augmente avec la maturité. Lorsqu'on récolte simultanément les trois étapes foliaires, on constate que l'alcalinité diminue pour les étages les plus élevés (B4, MT, HT). L'augmentation de l'alcanité des cendres a déjà été constatée par Chouteau (1960) au cours de la période active de croissance. Ce phénomène semble se poursuivre assez tard en saison, mais paraît néanmoins se ralentir chez les tabacs les plus mûrs (graphique XXX). Pour S2B5 et S2M3 dont le pH a fait l'objet d'une remarque, l'alcalinité des cendres diminue, ce qui explique au moins en partie

TABLEAU LXV

Variation de l'alcalinité des cendres au cours du séchage en fonction de la maturité (en meq pour 100 g tabac sec)

Parcelle S1					Parcelle S2				
	Récolte	Dépente		Variation en % de la teneur à la récolte		Récolte	Dépente		Variation en % de la teneur à la récolte
		% MS actuelle	% MS récolte				% MS actuelle	% MS récolte	
S1B0	234	314	222	5,5	—	—	—	—	—
S1B1	237	324	228	4,0	S2B1	259	331	247	4,5
S1B2	271	349	260	4,0	S2B2	265	331	248	6,5
S1B3	300	358	294	2,0	S2B3	267	345	264	1,0
S1B4	296	362	280	5,5	S2B4	270	339	261	3,5
S1B5	301	372	293	2,5	S2B5	265	335	252	5,0
S1M1	236	305	226	4,0	S2M1	219	290	212	3,0
S1M2	261	322	257	1,5	S2M2	237	311	229	3,5
S1M3	280	338	272	3,0	S2M3	232	312	226	2,5
S1H1	259	300	255	1,5	S2H1	212	269	191	10,0
S1H2	282	310	270	4,5	S2H2	248	299	246	1,0
S1H3	303	338	296	2,5	S2H3	256	303	252	1,5
S1MT	256	319	248	3,0	S2MT	225	303	218	3,0
S1HT	253	305	249	1,5	S2HT	211	280	206	2,5

l'acidification constatée. Dans le cas des feuilles hautes de S2, l'alcalinité des cendres augmente énormément entre S2H1 et S2H2. J'ai déjà mentionné ce fait dans le chapitre IV relatif aux glucides car j'avais constaté pour la teneur en sucres une diminution considérable de H1 à H2 qui s'accompagnait probablement d'une formation d'acides organiques. Le pH de H2 plus acide que celui de H1 montre que les acides libres augmentent sans doute plus encore que ne le font les acides combinés. Cette anomalie apparente peut s'expliquer par une influence des conditions de cueillette, S2H1 ayant été récolté en même temps que les feuilles médianes correspondantes (S2M2).

TABLEAU LXVI

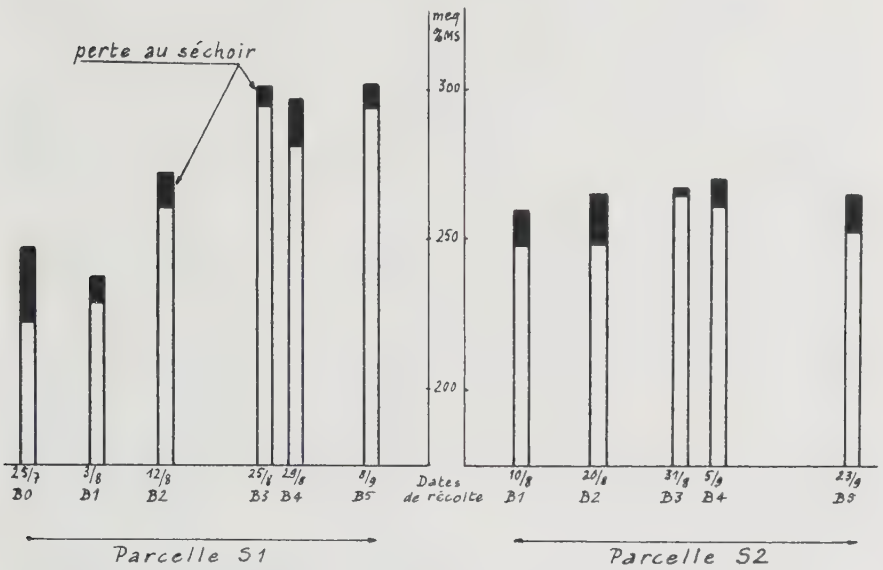
Évolution de l'alcalinité des cendres au cours du séchage et de la fermentation (en meq pour 100 g tabac sec)

Tabacs de la parcelle S1	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H	S1B	S1M	S1H
Récolte	276	261	271	276	261	271			
Jaunissement	326	300	303	270	258	266			
Brunissement	344	310	307	269	256	268			
Dépente	352	317	310	261	252	265			
Avant fermentation	355	320	310	255	252	263			
Avant fermentation	360	316	309	258	249	262	360	316	309
Sortie des chambres FA	363	316	310	258	249	262	360	316	309
Emballage après FA	366	314	306	258	248	259	360	316	304
Premier retournement en FN.	367	319	311	258	247	263	360	314	310
Deuxième retournement en FN	362	314	310	256	243	261	358	309	308
Emballage après FN	381	341	334	250	238	259	350	303	304
Avant fermentation	357	321	308	256	252	262	357	321	308
Emballage après FA	363	328	314	258	255	266	360	324	314
Tabacs ferm. art. ap. stockage	384	360	343	262	259	272	366	329	321
Emballage après FN	372	355	335	244	248	259	340	316	306
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	396	373	353	259	259	270	361	330	318

Tabacs de la parcelle S2	En % de la MS actuelle			En % de la MS à la récolte			En % de la MS av. fermentation		
	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H	S2B	S2M	S2H
Récolte	285	253	258	285	253	258			
Jaunissement	320	288	283	276	252	255			
Brunissement	338	301	290	270	246	251			
Dépente	351	321	302	270	243	254			
Avant fermentation	360	325	305	267	243	249			
Avant fermentation	367	324	305	272	241	249	367	324	305
Sortie des chambres FA	370	327	305	271	243	247	365	326	303
Emballage après FA	369	324	313	272	241	251	366	322	307
Premier retournement en FN.	369	330	308	271	240	250	365	321	306
Deuxième retournement en FN	371	334	310	270	243	247	363	325	303
Emballage après FN	383	362	316	272	250	238	366	336	292
Avant fermentation	365	326	307	271	243	250	365	326	307
Emballage après FA	365	322	310	272	240	253	366	321	310
Tabacs ferm. art. ap. stockage	394	362	341	288	256	269	387	343	330
Emballage après FN	384	351	335	271	241	254	365	323	311
Tabacs ferm. nat. ap. stockage	404	378	353	281	257	266	378	344	326

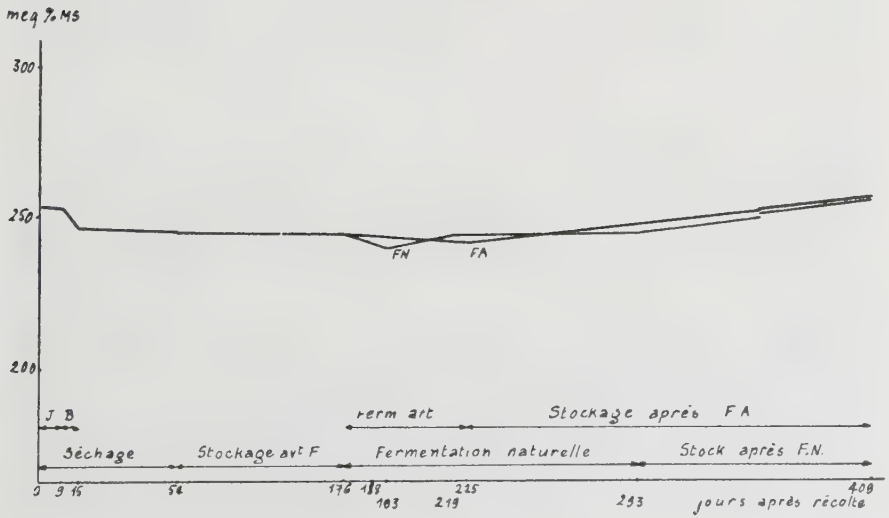
GRAPHIQUE XXX

Variation de l'alcalinité des cendres à la récolte et après séchage en fonction de la maturité (Feuilles basses)



GRAPHIQUE XXXI

Variation de l'alcalinité des cendres pendant le séchage et la fermentation (Feuilles médianes de S2)



Si on admet qu'il n'y a pas de réaction lors de l'incinération, entre les carbonates produits par la calcination des sels d'acides organiques et les phosphates du tabac, qui étant donné les pH, sont forcément des phosphates acides, on trouve que les quantités d'acides combinés diminuent pendant le séchage. Cependant, on peut aussi supposer que cette diminution est due à une augmentation de la quantité d'anions minéraux à la dépente ; il n'est pas impossible en effet qu'il puisse s'en former à partie de composés organiques contenant du soufre ou du phosphore par exemple.

Des variations constatées au tableau LXVI il ne semble pas qu'on puisse tirer de conclusions quant à la variation des acides combinés au cours de la fermentation. On observe que l'alcalinité des cendres ne varie pratiquement pas, sauf dans certains cas pendant le traitement en masses. Par contre on constate généralement au cours du stockage des tabacs fermentés par l'un ou l'autre procédé, une augmentation (graphique XXXI) qui s'explique difficilement sans envisager une diminution des anions minéraux (nitrates sulfates).

Vickery et Meiss (1953) ont aussi remarqué cette augmentation de l'alcalinité des cendres pendant le stockage après fermentation. Ils ont supposé qu'elle résultait d'un défaut dans l'application de la méthode. Il n'est pas possible d'affirmer le contraire avec certitude, il faudrait auparavant procéder à un certain nombre de vérifications ; cependant les observations faites ici pour le Paraguay sont trop systématiques pour qu'on doive absolument les considérer comme des erreurs analytiques, d'autant plus qu'elles confirment celles faites par les auteurs précités.

Acidité de titration.

C'est la quantité d'acide, exprimée en milliéquivalents, correspondant à la quantité de soude nécessaire pour amener l'extrait aqueux obtenu à partir de 100 g de tabac sec à la neutralité théorique pH 7.

Cette valeur a été déterminée en 1958 au cours de la fermentation artificielle ou naturelle et après stockage des tabacs fermentés sur des produits de la campagne de culture 1957. Les valeurs trouvées pour les divers prélèvements figurent au tableau LXVII.

L'acidité de titration évolue dans le sens indiqué par les variations du pH. Après stockage les tabacs traités par l'un ou l'autre

TABLEAU LXVII

Variation de l'acidité de titration et du pH au cours de la fermentation et après stockage (en meq pour 100 g de tabac sec)

	Acidité de titration		pH	
	Tabac nourri	Tabac maigre	Tabac nourri	Tabac maigre
Avant fermentation (février 1958)....	6,0	6,5	6,10	6,15
Fermentation naturelle :				
Premier retournement.....	8,5	7,5	5,55	5,75
Deuxième retournement	9,4	5,3	5,55	5,95
Démontage des bancs	6,0	4,4	6,05	6,30
Après 3 mois de stockage (octobre 1958)	4,8	3,5	6,15	6,50
Après 15 mois de stockage (octobre 1959)	3,5	1,8	6,30	6,45
Fermentation artificielle, 10e jour....	13,8	11,2	5,40	5,45
Après 6 mois de stockage (octobre 1958)	6,4	2,6	6,10	6,45
Après 18 mois de stockage (octobre 1959)	3,9	2,7	6,20	6,40

procédé de fermentation ont une acidité de titration plus faible que le tabac non fermenté. Dans les deux cas, on constate au début, une très nette augmentation de l'acidité, le maximum se situant soit à la fin du traitement en chambre, soit au premier retournement. A ces stades l'évolution semble être l'inverse de ce qu'elle sera par la suite.

Cette détermination est absolument conventionnelle : elle ne correspond qu'à un état de salification partielle des acides organiques et ne tient pas compte du pouvoir tampon des phosphates et autres substances présents dans l'extrait. La neutralité théorique a été choisie arbitrairement par Tisnes (1956) et la méthode semblait être destinée à servir de critère. Or dans le cas de la fermentation artificielle la définition d'un critère de traitement doit tenir compte de l'incidence des phénomènes ultérieurs de maturation, ce qui ne semble pas possible dans le cas de l'acidité de titration qui évolue différemment avant et après l'emballage. L'intensité des transformations subies au cours du stockage par le tabac traité en chambres, doit d'ailleurs varier selon l'humidité au moment de l'emballage et les conditions du stockage. L'étude

de ces phénomènes n'est pas suffisamment avancée pour permettre l'adoption de normes précises dans le cas du tabac français.

Acides organiques.

L'évolution des acides malique et citrique au cours du séchage a été suivie sur les feuilles médianes S1M et S2M récoltées à maturité technique. Les chromatographies sur colonne ont été réalisées par Chouteau et moi-même (cf. *Ann. Inst. Exp. Tabac, Bergerac*, 1961). Le tableau LXVIII montre les variations observées qui sont représentées par le graphique XXXII.

L'acide malique diminue de 9 % en S1M et de 26 % en S2M tandis que simultanément l'acide citrique augmente de 40 % en S1 et de 140 % en S2. La variation de l'acide malique semble continuer pendant toute la durée du séchage ; celle de l'acide citrique paraît particulièrement rapide pendant le jaunissement (en particulier en S2.

Sur le tabac du Connecticut cultivé sous toile, Vickery et Meiss (1953) ont mis en évidence des variations beaucoup plus importantes et ils estiment que la formation d'acide citrique est quantitativement liée à la disparition d'acide malique. Il existe normalement un équilibre entre l'acide malique et l'acide oxalacétique qui aboutit d'ordinaire chez les végétaux à la production d'acide malique. Si on absorbe l'acide oxalacétique au fur et à mesure de sa formation, on obtient alors une dégradation continue de l'acide malique. Cela se produirait, par exemple, si l'acide oxalacétique s'unissait à l'acide pyruvique pour donner un triacide qui par oxydation se transformerait en acide citrique. Il est bien entendu qu'il ne s'agit là que d'une hypothèse, mais elle semble pouvoir s'appliquer quantitativement au Connecticut ; en effet les variations en augmentation ou en diminution des acides citrique ou malique se produisent simultanément. Dans le cas de Paraguay, il est possible que cette hypothèse puisse s'appliquer, mais pas absolument, en raison de l'accroissement relativement rapide de l'acide citrique pendant le jaunissement. Dans le chapitre IV on a constaté la diminution rapide des sucres pendant les premiers jours qui suivent la mise à la pente ; le jaunissement s'accompagne aussi d'une certaine acidification (tableau LXIV) malgré l'augmentation de la teneur en ammoniaque libre et en amides. Il ne paraît pas impossible que des acides organiques puissent se former à ce stade et que la dégradation des sucres en soit l'origine. Ceci expli-

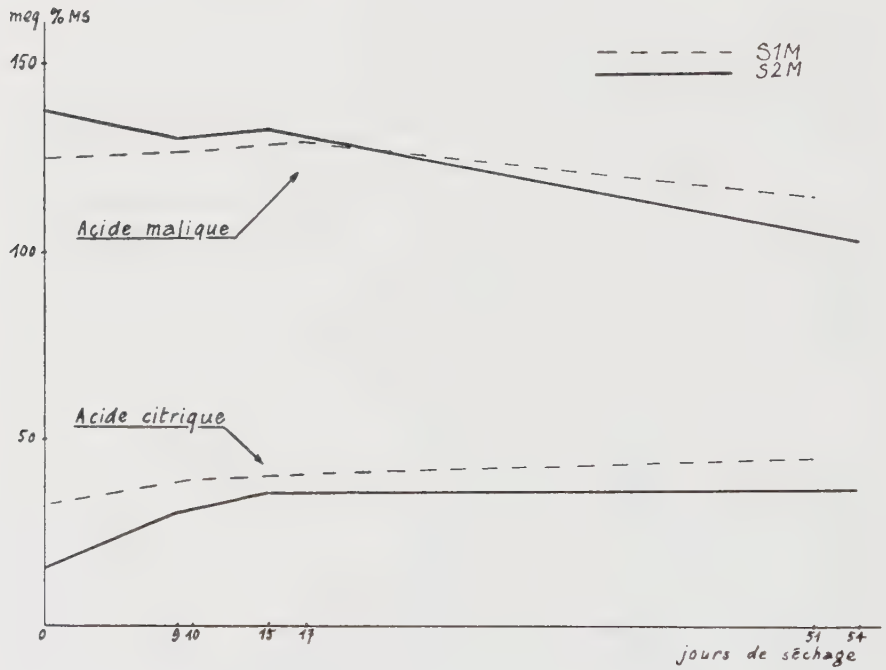
TABLEAU LXVIII

Évolution des acides malique et citrique au cours du séchage de feuilles médianes (meq % de tabac sec)

	S1M						S2M					
	En % de la MS actuelle		En % de la MS à la récolte		Variation % teneur récolte		En % de la MS actuelle		En % de la MS à la récolte		Variation % teneur récolte	
	acide malique	acide citrique	acide malique	acide citrique	acide malique	acide citrique	acide malique	acide citrique	acide malique	acide citrique	acide malique	acide citrique
Récolte	125	32	125	32			138	15	138	15		
Jaunissement	146	47	126	39			149	34	130	30		
Brunissement	156	48	129	40			162	43	132	35		
Dépente	143	56	114	44	— 9 %	+ 40%	135	48	102	36	— 26%	+ 140 %

GRAPHIQUE XXXII

Variation des acides citrique et malique pendant le séchage (Feuilles médianes de S1 et S2)



querait à la fois la faible diminution résultante de l'acide malique (S2M) ou même l'augmentation de cet acide constatée au début du séchage et jusqu'au brunissement en S1M, et la formation d'acide citrique avec intervention possible du système de synthèse cité précédemment. Il convient de signaler à l'appui de cette hypothèse que le Connecticut étudié par Vickery et Meiss contient peu de sucres, ce qui expliquerait les différences constatées dans le comportement des acides organiques ; ces auteurs ont d'ailleurs mis en évidence une augmentation du pH aussitôt après la mise à la pente.

Le mode de stabilisation et la méthode de chromatographie utilisés ne permettent pas d'obtenir des renseignements précis sur le comportement des autres acides organiques présents dans le tabac. Les pics correspondant aux acides quinique et glycérique diminuent sensiblement tandis qu'apparaît un nouveau pic dû à la pyrrolidone carboxylique (5-7 meq en fin de séchage).

L'évolution des acides organiques a pas été suivie au cours de la fermentation. Les renseignements trouvés à ce sujet dans la littérature sont variés. Pyriki (1957) trouve que les acides malique et citrique diminuent au cours de la fermentation artificielle et, avec l'acide oxalique paraissent augmenter pendant la fermentation naturelle. Pour Vickery et Meiss (1953) ces trois acides ne varient pratiquement pas. Enfin Petrenko et D'Jachkin (1958) constatent une diminution des acides organiques totaux et de l'acide citrique pendant la fermentation naturelle du makhorka.

CONCLUSION

Les transformations physiques qui se manifestent pendant le séchage et la fermentation du tabac s'accompagnent d'une variation de la matière sèche des feuilles et de transformations chimiques intéressant un certain nombre de constituants.

Ce travail a été entrepris en vue de préciser certains aspects de cette évolution dans le cas du tabac Paraguay, cultivé traditionnellement en France :

— influence de la date de cueillette sur le rendement en poids et le comportement au séchoir ;

— évolution au cours de la dessiccation et de la fermentation ;

— différences résultant du mode de fermentation, naturelle ou artificielle.

L'étude a été réalisée sur des échantillons peu importants confectionnés lors de la récolte des divers étages foliaires à partir de tabacs prélevés en 1960 sur deux parcelles cultivées dans les conditions habituelles et différant essentiellement par la date de plantation. Il convient de signaler que les produits obtenus sur les deux parcelles étaient très dissemblables : les différences entre les feuilles des divers étages foliaires étaient très marquées pour les tabacs de la plantation précoce (S1) ; par contre les feuilles de la plantation tardive (S2) étaient beaucoup plus homogènes quel que soit leur niveau sur la plante.

Un soin particulier a été apporté à la réalisation des échantillons. L'homogénéité des résultats obtenus montre que ces échantillons étaient, à la récolte, très comparables. Toutes les mesures ont été prises pour que le comportement des tabacs au cours du séchage d'une part, de la fermentation d'autre part, soit aussi proche que possible de la normale, tout en préservant l'intégrité des échantillons.

Techniques analytiques

Tous les dosages ont été effectués sur du tabac finement broyé après passage à l'étuve à 100°C jusqu'à poids constant. La stabilisation à la chaleur ainsi réalisée ne convient théoriquement pas lorsqu'on se propose de doser les sucres ; cependant l'expérience montre que certaines erreurs inévitables dues à l'échantillonnage (fractionnement des feuilles, heure de récolte...) sont plus importantes que celles provoquées par le passage à l'étuve. Ce mode de stabilisation a permis de réaliser des conditions uniformes lors des dosages, et d'appliquer les mêmes méthodes à des produits aussi différents physiquement que les tabacs avant et après séchage. Enfin, la pesée des échantillons après dessiccation à 100°C permettait une détermination directe de la matière sèche au moment du prélèvement.

La stabilisation à 100°C provoque une certaine volatilisation de l'ammoniaque (jusqu'à 20 %) et de la nicotine (jusqu'à 10 %). Il est vraisemblable également que certains constituants volatils susceptibles d'être extraits par l'éther de pétrole ont été éliminés. D'autre part en ce qui concerne les acides organiques, le pasasge à l'étuve ne permet d'étudier que les acides malique et citrique qui représentent d'ailleurs la plus grande partie de l'acidité totale.

La précision des méthodes quantitatives employées (cf. chapitre II) est en général excellente pour les sucres, la cellulose, l'azote total et soluble total, la nicotine, l'extrait à l'éther de pétrole, le pH et l'alcalinité des cendres.

Les résultats relatifs à l'ammoniaque et l'azote amidé sont souvent moins bons ; il est possible que la stabilisation à la chaleur qui provoque une certaine volatilisation de l'ammoniaque en soit partiellement responsable ; d'autre part, dans le cas de l'azote amidé, les conditions d'hydrolyse ont une grande importance et il est probable qu'une partie des constituants peptidiques solubles interviennent dans le dosage. J'ajoute que les extraits trichloracétiques ne se conservent pas et qu'il est nécessaire de les stocker au réfrigérateur à très faible température si les manipulations doivent être différées. Malgré tout, les renseignements obtenus conservent une valeur certaine, mais il est nécessaire de les interpréter. Dans le cas des matières pectiques, il a souvent été nécessaire d'augmenter le nombre des répétitions pour obtenir une précision

suffisante. Les conditions à réaliser au cours de ce dosage sont très strictes et se prêtent assez mal aux déterminations en série.

Évolution au cours du séchage et de la fermentation

Les diverses variétés de tabacs présentent des différences tant au point de vue de leur composition chimique à un stade déterminé, que dans leur métabolisme au cours des multiples phases de la production.

Garner et ses collaborateurs (1914, 1934) ont étudié la composition de plusieurs tabacs des États-Unis ainsi que le comportement de certains d'entre eux au cours du séchage à l'air chaud : des écarts importants existent entre les divers types considérés. Des remarques analogues au sujet de l'hétérogénéité des observations ont été faites par Kissling en 1905 sur d'autres tabacs.

Les résultats obtenus pour la variété Paraguay, qui fait l'objet de cette étude, peuvent donc être sensiblement différents de ceux observés pour d'autres variétés, en raison non seulement du caractère génétique, mais aussi des conditions réalisées lors de la préparation des tabacs.

1. Glucides.

Il n'est pas possible de dégager des résultats du présent travail une influence nette de la maturité sur les teneurs à la récolte des divers constituants glucidiques envisagés. En effet selon l'origine des tabacs (S1 et S2) et les étages foliaires, les observations sont différentes ; j'ai pu constater au cours de la maturation une nette augmentation des sucres totaux (amidon + sucres solubles) pour les basses de S2 ou une nette diminution pour les basses et les médianes de S1 et pour les hautes de S2. Les renseignements relatifs à la cellulose et aux matières pectiques sont également variables suivant l'origine des feuilles.

Cependant *il semble que les diverses fractions glucidiques soient interdépendantes*, tout au moins à la récolte et peut-être pendant les premiers jours du séchage. L'heure de la cueillette en particulier est susceptible de modifier à la fois la quantité et la qualité des différents glucides ; des tabacs cueillis avant le lever du soleil ont une teneur en amidon plus faible que ceux récoltés en cours de journée et leur teneur en cellulose est nettement plus forte. Après

quelques jours de séchage on ne trouve plus trace d'amidon et on constate que la cellulose a considérablement diminué pour les tabacs récoltés très tôt le matin.

La maturité intervient vraisemblablement pour modifier les proportions des divers glucides et peut-être aussi leur qualité : cette supposition m'a amené à étudier le comportement des glucides totaux que j'ai définis comme la somme sucres solubles + amidon + cellulose + acide pectique. La variation des teneurs à la récolte en fonction de la maturité est encore pour cette nouvelle variable, assez anarchique mais à un moindre degré que celle des constituants élémentaires. D'autre part si on considère pour les glucides totaux la perte au séchoir en fonction de la maturité on constate que cette perte varie assez généralement comme la perte de matière sèche, c'est-à-dire que les récoltes les plus mûres perdent relativement moins que les autres. Le rapprochement des chiffres obtenus montre que la *diminution des glucides constitue la plus grande partie de la perte de substance observée pendant la dessiccation.* Les feuilles basses qui sont plus riches en cette forme de réserve que les hautes perdent aussi davantage de poids au séchoir.

L'analyse de cette variation des glucides confirme l'interdépendance probable des diverses fractions. En effet j'ai pu constater qu'en général la cellulose était relativement stable au cours du séchage. Cependant dans les premières récoltes de feuilles basses de S2 ainsi que dans les hautes de S1 où les teneurs en amidon à la récolte sont très faibles, les pertes de cellulose au séchoir sont plus importantes ; par contre pour les médianes de S2 qui présentent d'assez fortes teneurs en amidon la perte de cellulose est très faible.

Les conditions d'ambiance pendant le traitement sont susceptibles de modifier la variation des glucides au séchoir. Lorsque les tabacs sont rapidement déshydratés après la mise à la pente, ils conservent davantage de sucres et perdent moins de poids (S1B3) ; on observe le contraire si les feuilles restent plus longtemps humides (S2B5, S2M3). Les matières pectiques en particulier semblent se comporter différemment en fonction des conditions d'ambiance : ceci pourrait expliquer en partie les différences des propriétés physiques constatées chez les tabacs ayant séché dans des conditions plus ou moins favorables.

a) *Variations pendant la dessiccation.*

La variation des sucres au séchoir est particulièrement rapide pendant la phase de jaunissement. L'amidon disparaît en totalité, les sucres solubles diminuent considérablement si on tient compte de la solubilisation de l'amidon. Les sucres solubles non réducteurs, présents en quantité plus ou moins grande à la récolte sont presque entièrement disparus.

Pendant le brunissement, la diminution des sucres solubles est encore importante ; la cellulose est pratiquement stabilisée, mais les pectines continuent à diminuer. Les variations sont ensuite nettement moins rapides jusqu'à la dépente ; les teneurs en sucres solubles sont alors inférieures à 1 % dans la plupart des cas.

b) *Variations pendant la fermentation.*

On observe encore une diminution des divers constituants glucidiques pendant la fermentation. Les sucres solubles, peu abondants, diminuent légèrement ; les matières pectiques présentent une assez forte variation, surtout dans le cas de la fermentation naturelle. Les produits du traitement en masses présentent toujours, après quelques mois de stockage, une teneur en acide pectique plus faible que celle des tabacs fermentés artificiellement, ce qui peut expliquer en partie les différences de propriétés physiques constatées dans les deux cas.

La cellulose varie de façon assez aberrante pendant la fermentation, elle diminue pendant la phase active du traitement, augmente ensuite au cours du stockage. J'ai signalé à plusieurs reprises la non spécificité de la méthode de dosage utilisée : les anomalies constatées en sont peut-être un effet. Cependant elles traduisent une modification de certains constituants qu'il sera utile de préciser par la suite.

2. Matières azotées.

Lors de la maturation des feuilles de tabac, j'ai toujours observé une diminution de la teneur en azote total à la récolte. Chez les feuilles inférieures (basses et médianes) j'ai souvent pu mettre en évidence une diminution du poids d'azote par feuille : cette valeur dépend de deux facteurs principaux, l'assimilation et la redistribution des formes solubles vers les autres organes de la plante. Suivant les

conditions du milieu (climat et nature du tabac) l'un ou l'autre facteur peut l'emporter et provoquer des modifications qualitatives et quantitatives. Il est vraisemblable que ces variations exercent une influence sur la nature et l'importance des transformations qui auront lieu lors du traitement du tabac.

L'azote insoluble diminue généralement lorsque les feuilles mûrissent ; cette diminution et celle de l'azote total ne sont pas absolument parallèles. En effet, l'examen du rapport $\frac{\text{azote insoluble}}{\text{azote total}}$ semble mettre en évidence une solubilisation relative de l'azote au cours de la maturation.

La nicotine a par contre tendance à augmenter, cependant lorsque la diminution de l'azote total est très forte, il est possible que le taux de nicotine demeure pratiquement invariable. L'étude du rapport $\frac{\text{azote nicotinique}}{\text{azote total}}$ montre dans tous les cas une augmentation relative très nette.

a) *Variations pendant la dessiccation.*

L'azote total subit au cours du séchage des variations quantitatives moins nettes que celles qui ont été constatées pour les glucides. Les matières azotées sont pourtant le siège de transformations importantes qui se traduisent par une modification des proportions des divers constituants.

On observe dès la mise à la pente une importante solubilisation avec formation abondante d'azote amidé et d'azote ammoniacal. La fraction résiduelle comprenant les acides aminés et les peptides solubles augmente aussi de façon sensible, confirmant ainsi les observations qualitatives faites par chromatographie sur papier. La formation d'amide est telle qu'elle ne peut s'expliquer sans envisager l'existence d'un processus secondaire de synthèse à partir d'acide oxalacétique ou de cétoacides et d'ammoniaque. Ce phénomène de nature enzymatique probable, peut vraisemblablement intervenir en raison de la forte teneur en eau du tabac pendant la période intéressée.

Pendant le brunissement les transformations sont moins spectaculaires ; les teneurs en ammoniaque et amides ne varient pratiquement pas, sauf légère diminution. Une certaine quantité d'ammoniaque peut être volatilisée au début du séchage, tandis qu'*une*

fraction relativement importante de la nicotine (15 %) *est décomposée* ; il en résulte une perte d'azote soluble total et, bien entendu, d'azote total. L'azote aminé doit peu varier, il diminue sans doute légèrement du jaunissement à la dépente.

Quel que soit l'état de maturité des feuilles à la récolte, l'allure générale des transformations en cours de séchage reste la même.

Dans l'ensemble il apparaît que *la perte d'azote total varie peu* ou qu'elle *diminue en fonction de la maturité.* J'ai trouvé en particulier, pour certaines feuilles basses cueillies avant maturité (S2B1), que cette perte était assez forte ; les feuilles contenaient à la récolte des quantités de glucides moins importantes que les tabacs cueillis plus tard sur la même parcelle et la perte de glucides pendant la dessiccation y avait été limitée ; la variation plus importante d'azote total tend à équilibrer les pertes.

Dans la plupart des cas, les teneurs à la dépente en azote ammoniacal et azote amidé sont plus faibles lorsque les tabacs sont plus mûrs. Cependant dans le cas des feuilles hautes, les plus fortes teneurs ont été trouvées pour les tabacs à maturité ; les conditions particulières de récolte des hautes avant maturité (elles furent cueillies en même temps que les médianes correspondantes) sont sans doute responsables de cette anomalie apparente.

b) *Variations pendant la fermentation.*

Je n'ai pas mis en évidence de perte d'azote pendant la phase active de la fermentation artificielle. Par contre, *dans le traitement en masses, une assez forte diminution se produit, principalement entre le second retournement et le démontage des bancs.* Une légère perte semble pouvoir se produire pendant le stockage en balles des tabacs fermentés en chambres ; la teneur des produits de la fermentation naturelle ne varie pratiquement plus à ce stade.

Les deux modes de fermentation provoquent l'insolubilisation de quantités comparables d'azote soluble. Cependant dans le cas du traitement en bancs, l'azote soluble diminue beaucoup plus qu'en fermentation artificielle, les pertes par volatilisation étant vraisemblablement plus importantes.

L'azote amidé tend à disparaître. L'ammoniaque passe par un maximum au second retournement en fermentation naturelle, puis diminue considérablement ensuite jusqu'à la fin du stockage. En fermentation artificielle, la teneur en cet élément augmente cons-

tamment. *Une partie de la nicotine disparait encore au cours de la fermentation*, plus en naturelle qu'en artificielle où les teneurs après traitement sont toujours plus élevées.

Les renseignements qualitatifs obtenus par chromatographie montrent que *les acides aminés libres disparaissent presque en totalité par l'un ou l'autre traitement* au cours du séjour en bancs ou pendant le stockage.

3. Extrait a l'éther de petrole.

Il semble difficile d'interpréter les résultats obtenus pour cette variable en fonction de la maturité sans envisager schématiquement l'existence de deux fractions différant par les conditions d'accumulation et leur stabilité.

La première, qui diminue en fonction de la maturité, est peu stable et elle se trouve facilement dégradée pendant la dessiccation. La seconde s'accumule pendant la maturation ; elle est plus résistante et contribue à augmenter la valeur à la dépente de l'extrait à l'éther de pétrole pour les tabacs les plus mûrs.

La diminution constatée au cours du séchage est toujours importante (33-64 %), généralement plus forte, sauf chez les feuilles basses de S1, pour les tabacs les moins mûrs.

C'est au début du séchage que la variation est la plus sensible, mais elle peut se poursuivre jusqu'à la dépente. *Pendant la fermentation, l'extrait à l'éther de pétrole diminue légèrement* ; je n'ai pas pu mettre en évidence de différences quantitatives en fonction de l'un ou l'autre procédé de fermentation.

4. Acides organiques.

Il semble que le pH de la poudre obtenue à partir des feuilles à la récolte ait tendance à augmenter en fonction de la maturité. Il existe cependant quelques cas aberrants qui laissent supposer l'existence dans la plante de phénomènes antagonistes (synthèse, redistribution) dont le point d'équilibre dépend de conditions internes ou externes.

En cours de séchage, le pH diminue d'abord puis augmente à partir de la fin du jaunissement jusqu'à la dépente.

Au début de la fermentation, quel que soit le mode de traitement envisagé, *le tabac devient plus acide*, puis pendant la troisième phase en fermentation naturelle, et après emballage en fermentation

artificielle *une évolution vers l'alcalinité se produit*, plus importante dans les produits de la fermentation naturelle.

L'alcalinité des cendres, qui donne une idée approximative de la quantité d'acides organiques combinés, *a tendance à augmenter au cours de la maturation des feuilles*. Il est possible que les proportions d'acides libres et combinés ne soient pas constantes principalement pour les feuilles des étages inférieurs ; les variations aberrantes constatées pour le pH pourraient ainsi s'expliquer.

L'alcalinité des cendres ne donne pas de renseignements sur l'évolution des acides organiques au cours du séchage et de la fermentation ; il se peut que les variations observées soient dues à des transformations des anions minéraux.

Les acides malique et citrique varient en sens inverse pendant le séchage. Il est possible que des systèmes enzymatiques transforment l'acide malique en acide citrique, mais il faut envisager la *synthèse possible d'acides organiques aux dépens des sucres* qui, relativement abondants à la récolte, subissent une forte diminution pendant les premiers jours du séchage, tandis qu'on observe une évolution du pH vers l'acidité.

5. Matière sèche et rendement en poids.

a) *Variation pendant la dessiccation.*

La matière sèche du tabac diminue toujours pendant la dessiccation. La variation est surtout importante pendant la phase du jaunissement, mais elle reste sensible jusqu'au brunissement. Par la suite elle est beaucoup plus lente.

Bien que l'évaporation de l'eau au cours du jaunissement soit relativement importante (50 à 60 % de l'eau initiale), la teneur en eau du tabac pendant cette phase reste assez élevée ; c'est probablement cette humidité qui rend possibles les nombreuses actions enzymatiques qui se traduisent par une solubilisation importante des réserves ; la feuille continue à respirer et la combustion des glucides, en particulier, se traduit par une diminution de la matière sèche.

Lorsque la déshydratation pendant la première phase du séchage est trop rapide ou trop lente (en fonction des conditions d'ambiance) la matière sèche diminue moins ou plus qu'en conditions normales, ce qui prouve l'importance du facteur humidité dans les phénomènes de dégradation.

Le séchage par plantes entières provoque toujours par rapport au traitement en feuilles une augmentation de la perte de matière sèche pendant le séjour à la pente. Des migrations de substances se produisent des feuilles basses vers les feuilles supérieures où les processus cataboliques se poursuivent plus longtemps en raison de la présence de la tige qui joue un rôle de volant d'humidité.

Pour les tabacs séchés en feuilles, *la perte de matière sèche au séchoir est généralement plus élevée pour les basses et les médianes que pour les feuilles supérieures.* Cependant pour un même niveau foliaire, *elle est plus faible lorsque les tabacs sont cueillis plus tard.* Cette observation est valable pour tous les étages. L'économie de matière ainsi réalisée pour les cueillettes tardives accentue l'effet du séjour prolongé des feuilles sur la plante qui provoque généralement un accroissement du poids à la récolte. L'augmentation du rendement en poids de matière sèche qui résulte de ces deux phénomènes est généralement importante (tableau XII).

La diminution de la matière sèche se poursuit plus lentement après la dépente des tabacs, lors de la conservation en touffes ou en bancs.

b) *Variation pendant la fermentation.*

Lors de la fermentation on assiste à une nouvelle perte de substance qui est particulièrement sensible en fermentation naturelle entre le second retournement et le démontage des bancs. Dans ce cas, pendant le stockage qui suit l'emballage définitif, la variation est ensuite très faible.

La fermentation artificielle a permis, dans les conditions de l'essai, de réaliser une certaine économie de matière (*plus de* 3 %) par rapport au traitement en masses. Le séjour du tabac dans les chambres de fermentation n'amène pas de modification sensible du poids des feuilles ; *c'est au cours du stockage après emballage que les tabacs fermentés artificiellement semblent évoluer le plus.* Ceci prouve que la fermentation en chambres, telle qu'elle a été pratiquée dans cet essai n'aboutit pas à la stabilisation des produits et il est probable que les transformations qui se produisent après la mise en balles dépendent dans une large mesure du conditionnement des tabacs à l'emballage.

L'importance de la perte de matière sèche au cours de la fermentation est fonction de la nature des tabacs. Il semble que les feuilles

médianes perdent plus que celles des autres étages. Ce sont les feuilles basses qui perdent le moins.

c) *Essai de bilan-matière sèche.*

Les tableaux LXIX et LXX dressent un bilan approximatif des pertes de matière calculées à partir des résultats biochimiques. Il est évident, que ce calcul ne peut fournir qu'une grossière estimation :

— l'erreur commise sur la somme des pertes peut être importante, car chaque perte est déterminée par différence entre deux résultats analytiques ;

— il est possible que les diminutions constatées ne correspondent pas à des pertes absolues :

α) les sucres peuvent se transformer en acides organiques non étudiés ;

β) l'acide pectique peut s'hydrolyser en donnant des produits solubles qui échappent au dosage ; par contre, on ne tient pas compte de la volatilisation possible de l'alcool méthylique ou de l'acide acétique susceptibles d'être libérés par saponification ;

γ) l'extrait à l'éther de pétrole peut diminuer parce que certains de ces constituants sont devenus insolubles, sans pour cela disparaître complètement ;

— la perte en poids des matières azotées est obtenue en multipliant la perte d'azote par le coefficient arbitraire 6,25 ;

— des constituants autres que ceux étudiés peuvent varier (polyphénols, acides organiques...) et provoquer des pertes de poids qui ne figurent pas dans ce bilan, mais justifient les les différences constatées entre la perte observée et celle calculée.

Le tableau LXIX confirme la validité des observations faites au sujet de la perte de matière sèche au séchoir en fonction de la maturité. Pour les tabacs de la parcelle S1 où j'ai pu mettre en évidence une *nette diminution de la perte en fonction de la maturité*, on remarque que les pertes calculées d'après les résultats des analyses chimiques varient considérablement et dans le même sens. Les différences sont en général moins importantes en S2 ; il convient de remarquer la série des feuilles hautes où il est vraisemblable

TABLEAU LXIX

Bilan des pertes de matière observées au cours du séchage en fonction de la maturité

	Perte MS déterminée % MS récolte	Pertes en % de la MS à la récolte						Perte MS calculée % MS récolte	Différence
		Amidon	Sucres solubles	Cellulose	Acide pectique	Matières azotées	Extrait à l'éther de pétrole		
S1B0	29,1	12,7	7,6	0,8	1,8	0,7	1,5	25,1	— 4,0
S1B1	29,5	12,3	7,7	0,8	2,2	0,6	1,8	25,4	— 4,1
S1B2	25,6	8,3	6,7	0,9	1,8	0,3	2,1	20,1	— 5,5
S1B3	17,8	6,7	6,2	0,7	1,1	0,2	1,9	16,8	— 1,0
S1B4	22,8	5,7	6,9	1,2	1,8	0,6	2,1	18,3	— 4,5
S1B5	21,2	6,0	7,7	0,7	1,8	0,9	2,0	19,1	— 2,1
S1M1	26,0	9,6	4,5	1,1	2,0	1,8	1,5	20,5	— 5,5
S1M2	20,1	6,7	4,5	0,8	2,2	2,3	1,8	18,3	— 1,8
S1M3	19,6	5,6	5,8	0,9	1,4	0,4	1,7	15,8	— 3,8
S1H1	15,1	5,1	2,1	1,2	2,1	1,9	3,0	15,4	+ 0,3
S1H2	12,8	2,3	4,2	2,0	0,3	0,7	2,8	12,3	— 0,5
S1H3	12,3	2,8	2,1	1,5	0,6	0,1	3,0	10,1	— 2,2
S1MT	22,3	6,5	7,4	0,8	1,5	0,5	1,3	18,0	— 4,3
S1HT	18,4	6,6	4,9	2,2	1,5	1,9	2,5	19,6	+ 1,2
S2B1	25,2	4,4	8,4	1,9	1,4	2,3	3,5	21,9	— 3,3
S2B2	25,2	5,0	11,1	2,2	1,3	1,7	3,8	26,1	+ 0,9
S2B3	23,4	5,9	11,5	1,1	1,0	0,6	2,7	22,8	— 0,6
S2B4	23,1	6,3	11,3	1,5	0,9	0,6	2,3	22,9	— 0,2
S2B5	24,7	7,6	10,7	0,4	2,0	0,0	2,0	22,7	— 2,0
S2M1	27,0	9,6	7,3	0,2	2,9	1,3	2,0	23,3	— 3,7
S2M2	26,3	9,6	7,6	0,2	1,5	0,8	1,5	21,2	— 5,1
S2M3	27,5	10,3	7,0	0,3	4,2	0,2	1,8	23,8	— 3,7
S2H1	29,0	12,6	3,3	0,8	1,2	1,0	2,0	20,9	— 8,1
S2H2	17,8	6,4	3,3	0,8	1,3	0,4	2,2	14,4	— 3,4
S2H3	16,6	7,7	3,3	1,0	1,6	1,5	2,0	17,1	+ 0,5
S2MT	28,0	11,0	8,2	0,4	1,9	1,6	1,3	24,4	— 3,6
S2HT	26,5	11,2	5,9	0,8	2,0	1,8	1,6	23,3	— 3,2

TABLEAU LXX. — *Bilan des pertes de matière observées au cours du séchage et de la fermentation*

Tabacs de la parcelle S1	S1B			S1M			S1H		
	Perte observée	Perte calculée	Différence	Perte observée	Perte calculée	Différence	Perte observée	Perte calculée	Différence
Récolte	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Jaunissement	17,2	16,0	— 1,2	14,1	12,4	— 1,7	12,1	11,9	— 0,2
Brunissement	21,7	18,4	— 3,3	17,4	15,1	— 2,3	12,8	13,5	+ 0,7
Dépente	25,9	20,6	— 5,3	20,6	17,6	— 3,0	14,4	14,6	+ 0,2
Avant fermentation	28,3	22,5	— 5,8	21,3	18,3	— 3,0	15,1	16,4	+ 1,3
Emballage après FA	28,9	23,6	- 5,3	22,3	18,7	— 3,6	15,1	15,9	+ 0,8
Tabacs ferm. art. après stockage	31,6	23,6	— 8,0	28,0	20,5	— 7,5	20,5	17,1	— 3,4
Emballage après FN	34,4	27,1	— 7,3	30,0	23,9	— 6,1	22,5	20,0	— 2,5
Tabacs ferm. nat. après stockage	34,6	25,0	— 9,6	30,4	23,0	— 7,4	23,5	20,6	— 2,9

Tabacs de la parcelle S2	S2B			S2M			S2H		
	Perte observée	Perte calculée	Différence	Perte observée	Perte calculée	Différence	Perte observée	Perte calculée	Différence
Récolte	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Jaunissement	13,8	12,9	— 0,9	12,5	11,6	— 0,9	9,9	10,5	+ 0,6
Brunissement	20,3	18,9	— 1,4	18,3	20,5	+ 2,2	13,7	12,1	— 1,6
Dépente	23,1	20,8	2,3	24,4	22,2	— 2,2	15,8	13,6	- 2,2
Avant fermentation	25,7	22,1	— 3,6	25,3	23,2	— 2,1	18,4	15,1	— 3,3
Emballage après FA	25,5	22,7	- 2,8	25,5	23,7	— 1,8	18,5	15,5	— 3,0
Tabacs ferm. art. après stockage	26,9	22,6	— 4,3	29,3	25,8	— 3,5	21,0	15,9	— 5,1
Emballage après FN	29,4	25,4	— 4,0	31,2	28,4	— 2,7	24,2	17,9	— 6,3
Tabacs ferm. nat. après stockage	30,4	26,0	— 4,4	32,0	27,7	— 4,3	24,5	18,3	— 6,2

qu'un élément indosé varie de façon spectaculaire (différences entre les pertes déterminées et calculées : — 8,1 pour H1, — 3,4 pour H2, + 0,5 pour H3.

Le tableau LXX donne les valeurs de la perte déterminée ou calculée lors de chacun des prélèvements effectués en cours de séchage et après fermentation. Ces résultats se rapportent à des tabacs récoltés à époque normale.

Les différences calculées montrent qu'elles doivent être imputées à des constituants (ou un ensemble de constituants) qui diminuent progressivement de la récolte aux derniers prélèvements. Les différences positives trouvées en cours de séchage pour S1H, S2M et S2H pourraient résulter d'une estimation trop forte de la perte due à l'extrait par l'éther de pétrole, ou d'une transformation des sucres en acides organiques (non dosés).

Les pertes calculées justifient les observations faites sur l'économie de matière sèche réalisée en fermentation artificielle par rapport à la fermentation naturelle. Le ou les constituants responsables des différences calculées semblent évoluer de façon uniforme quel que soit le mode de traitement.

RÉSUMÉ

La maturation du tabac Paraguay qui résulte d'un séjour prolongé des feuilles sur la plante s'accompagne d'une augmentation du poids de matière sèche à la récolte.

L'influence de la maturité sur la composition des réserves glucidiques varie avec les conditions de culture. Par contre les teneurs en azote total ou insoluble à la récolte diminuent lorsqu'on retarde la cueillette, tandis que le taux de nicotine augmente. Les constituants susceptibles d'être solubilisés par l'éther de pétrole semblent être le siège de transformations qualitatives et quantitatives importantes. La teneur en acides organiques combinés augmente lorsque les feuilles mûrissent. Il est possible que les conditions de culture et de récolte provoquent des transformations qualitatives (formation d'acides organiques aux dépens des sucres) et des échanges entre les diverses parties de la plante (glucides, matières azotées, acides organiques) ; d'autre part, l'intensité des phénomènes d'assimilation peut varier. Cet ensemble d'observations montre la complexité du problème biochimique posé par la maturité des feuilles de tabac.

La perte de matière sèche pendant le séjour à la pente varie suivant l'étage foliaire, le mode de séchage et les conditions d'ambiance. Les tabacs perdent moins lorsqu'ils sont plus mûrs.

Le Paraguay contient à la récolte des quantités de sucres relativement importantes qu'on ne met plus en évidence après quelques jours de séchage. La respiration des tissus encore vivants provoque sans doute une diminution importante de ces réserves ; l'énergie dégagée par la combustion des sucres est vraisemblablement utilisée pour permettre certains processus métaboliques et l'évaporation de l'eau. Cependant il faut envisager également la transformation possible des sucres en acides organiques. En effet, j'ai parfois mis en évidence au début du séchage une augmentation

simultanée des acides malique et citrique accompagnée d'une diminution du pH ; il est d'autre part possible que l'augmentation d'acide citrique soit liée métaboliquement à la diminution d'acide malique.

On assiste, aussitôt après la mise à la pente, à une solubilisation importante de l'azote qui s'accompagne d'une formation d'amide, provenant de l'hydrolyse des protéines et d'un processus secondaire de synthèse, et d'ammoniaque résultant vraisemblablement de la désamination des acides aminés. Pendant le séchage l'azote diminue légèrement par volatilisation d'ammoniaque. La quantité de nicotine diminue de 25 % environ.

Pendant la fermentation les glucides varient assez peu ; les principales transformations s'observent pour les pectines qui diminuent constamment, mais sont mieux conservées en fermentation artificielle.

Les matières azotées sont le siège de transformations quantitatives et qualitatives qui se traduisent par une diminution de l'azote soluble (acides aminés, amides, nicotine) ; l'ammoniaque diminue chez les tabacs fermentés naturellement par suite de l'évolution de ces tabacs vers l'alcalinité. Pour les produits de la fermentation artificielle qui restent constamment acides, la teneur en ammoniaque après stockage est toujours plus élevée.

Dans l'un ou l'autre procédé de fermentation, l'azote insoluble augmente ; cette insolubilisation ne résulte pas forcément d'une synthèse de protéines, mais il est possible que des réactions entre acides aminés, sucres et polyphénols puissent avoir lieu et donner naissance à des composés azotés macromoléculaires insolubles de nature non protidique.

La perte en azote est assez forte pour les produits de la fermentation naturelle. Elle n'a pas été déterminée avec précision pour les tabacs traités en chambres.

L'évolution du pH vers l'alcalinité laisse supposer que les acides organiques disparaissent, au moins en partie, au cours de la fermentation.

BIBLIOGRAPHIE

Askew (H.O.). — Flue-cured tobacco. V. A note on changes in protein content during curing. *New-Zeal. J. Sci. Technol.,* avril 1948.

Asmaev (P.G.) et Zagoruiko (M.G.). — Modifications dans la composition du tabac en fonction des conditions de séchage. *Trudy Krasnodarsk. Inst. Pishchvoi Prom.,* 1956, 8.

Bacon (C.W.), Wenger (R.) and Bullock (J.F.). — Chemical changes in tobacco during flue-curing. *Ind. Eng. Chem.,* 44, n° 2, 1952.

Bernardini (L.). — Sui principi scientifici della lavorazione del tabacco. Rome, 1946.

Blot (I.). — La potasse et la nicotine dans le tabac vert. *Mémorial des Manufactures de l'Etat,* t. I, décembre 1884.

Pack (A.B.). — Influence of drying rate during curing on the physical properties and quality of shade-grown tobacco. *The Conn. Agric. Exp. Sta.,* 599, 1956.

Bruckner (H.). — Die Biochemie des Tabaks. Berlin, Paul Parey, 1936.

Brunel (A.). — Traité pratique de Chimie végétale. Editions Georges Frère, Tourcoing. Tomes I et II, 1948 ; t. III, 1949.

Central Tob. Res. Stat. Rustenburg Reprint 8, janvier 1954.

Chouteau (J.). — Influence de la fumure azotée minérale sur quelques caractéristiques physiques et chimiques de la feuille de tabac. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. II, n° 3, 1956.

Chouteau (J.). — La nutrition azotée du tabac en fonction de la nature des engrais complémentaires. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. II, n° 4, 1957.

Chouteau (J.). — Les équilibres acides-bases dans le tabac Paraguay. Thèse Ing.-Doct., Bordeaux, Imp. Gén. S.-O., Trillaud, Bergerac, 1960.

Chouteau (J.) et Viart (P.). — Evolution des acides malique et citrique au cours du séchage à l'air des feuilles de tabac Paraguay. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. III, n° 4, 1961.

Bonis (E. de). — Il Tabacco, février 1951, Rome.

Dixon et coll. — Ind. Eng. Chem. 28, 2, 1936.

Dorr. — Aktuelle Fragen der Tabakfermentation. *Die Tabak-Zeitung*, 66, n° 40, 1956.

Eberle (A.). — Mitteil. n° 5, der « Stelle f. Tabakstudien am Pflanzephys. Inst. der Eidgenossichen. *Technischen Hochschulen in Zurich*, 1950.

Filip (P.). — De la perte de nicotine des tabacs en feuilles par le fait de la fermentation en masses. *Mémorial des Manufactures de l'Etat*, t. IV, 2e livraison, 1911.

Filip (P.). — Au sujet de la perte de matière organique par les tabacs en feuilles dans les Magasins de culture par le fait de la fermentation en masses. *Mémorial des Manufactures de l'Etat*, t. V, 1921.

Frankenburg (W.G.). — Advances in Enzymology, 6, 309, 1946.

Frankenburg (W. G.), Gottscho (A. M.), Vaitekunas (A. A.) et Zacharius (R.). — L'effet du séchage et de la fermentation sur les composés azotés dans les feuilles de tabac pour cigares. Ier Congrès scientifique Int. Tabac, Paris, 1955.

Frey-Wyssling (A.I.). — La modification chimique du tabac au cours du séchage et de la fermentation. Conférence Européenne du Tabac, Rome, 1950.

Garner (W.W.). — The production of tobacco. Philadelphie, Toronto, 1947.

Garner (W.W.), Bacon (C.W.) et Foubert (C.L.). — Research studies on the curing of leaf tobacco. U.S. Dep. Agr., Bull. 79, 1914.

Garner (W.W.), Bacon (C.W.) et Bowling (J.D.). — Cigarette and cigar tobacco; relationship of production conditions to chemical and physical characteristics. *Ind. Eng. Chem.*, 26, 1934.

Giovannozzi (M.). — Variazioni chimiche dei tabacchi orientali in conseguenza della fermentazione extra stagionale e di quella stagionale. *Il tabacco*, 59, 676-677, 1955.

Giovannozzi (M.). — Rapport général sur la Biochimie du Tabac. Ier Congrès scientifique Int. Tabac, Paris, 1955.

Giovannozzi (M.). — La fermentation des tabacs. IIe Congrès scientifique Int. Tabac, Bruxelles, 1958.

Giovannozzi-Sermanni (G.). — Recherches chromatographiques sur les transformations chimiques des tabacs subtropicaux cultivés sous couverture de gaze, pendant le séchage et la fermentation. Ier Congrès scientifique Int. Tabac, Paris, 1955.

Giovannozzi-Sermanni (G.). — Ricerche analitiche su *Nicotiana tabacum* con cromatografia su carta. *Il Tabacco*, 675, 1955.

Gisquet (P.) et Hitier (H.). — La production du tabac. J.B. Baillière et Fils, Paris, 1951, et 2e éd., 1961.

Gordienko (A.L.) et Mishareva (N.T.). — Sur la qualité et le rendement du tabac oriental de remplissage récolté en tiges. *Sborn. n.-i. rabot.*, V.I.T.I.M., 150, 1958.

Hassid (W.Z.), Mc Cready (R.M.) et Rosenfels (R.S.). — Determination of starch in plants. *Ind. Eng. Chem.*, anal. Ed., U.S.A., 12, mars 1940.

Ishitoya (K.). — Etudes sur la maturité des feuilles de tabac. *Symposium Istanbul*, 1960.

Jeffrey (R.N.). — The buildup and conversion of alkaloids within the tobacco leaf. *C.M.A. Research Seminar*, 3 et 4 décembre 1958.

Jensen (C.O.). — Cigar tobaccos. Chemical changes that occur during curing. *Ind. Eng. Chem.*, 44, 2, 1952.

Kanai (I.) et Kobata (J.). — La fermentation en masses du tabac japonais à cigares « Nambu ». I. Modifications des propriétés physiques des feuilles de tabac au cours de la fermentation en masses. II. Modifications chimiques des feuilles de tabac au cours de la fermentation en masses. *Nippon Nogei Kagaku Kaishi*, 31, 1957.

Kissling (R.). — Handbuch der Tabakkunde. Berlin, Paul Parey, 1905.

Kobata (J.) et Kanai (I.). — Studies on the deterioration and the fermentation of tobacco leaves. III. Chemical changes of « Nambu », the Japanese native variety for cigar, taking place in bulk-sweating. *J. Agr. Chem. Soc.*, Japan, 31, 1957.

McComb (E.A.) et McCready (R.M.). — Colorimetric determination of pectic substances. *Anal. Chemistry*, n° 10, 24, 1952.

McCready (R.M.) et McComb (E.A.). — Extraction and determination of total pectic materials in fruits. *Anal. Chemistry*, n° 12, 24, 1952.

McMurtrey (J.E.), Bacon (C.W.) and Ready (D.). — Growing tobacco as a source of nicotine. *U.S. Dep. Agr. Tech.*, Bull. 820, 1942.

Mashkovcev (M.F.). — Influence du rapport entre les quantités d'acides aminés et de sucres sur le processus de formation de la mélanoïdine. *Biokhimija, S.S.S.R.*, 15, n° 6, 1950.

Menoret (Y.). — Mise au point de la chromatographie quantitative sur papier des acides aminés d'extraits végétaux. Note technique du Centre d'Etudes du Bouchet, 30 juillet 1956.

Michl (H.) et Kuhn (H.). — Fachl. Mitteil. Osterreich Tabakregie, n° 1, 1954.

Mohr (E.C.J.). — Landw.-Vers.-Sta., 59, 253, 1903.

Neagu (N.). — Contribution à l'étude des transformations des substances azotées pendant le séchage et la fermentation du tabac Virginia Bright. *Bul. Tutunului*, 34, 1-2, 1946.

Neuberg, Kobel. — *Biochem. Z.*, 190, 232, 1927.

Onishi (I.). — Recent studies on the tobacco fermentation in Japan. On the bulk sweating of the Japanese native cigar tobacco «Nambu». II[e] Congrès scientifique Int. Tabac, Bruxelles, 1958.

Perreau (L.) et Fouquet. — Recherche de la nicotine dans les diverses parties de la plante de tabac. *Mémorial des Manufactures de l'Etat*, t. III, 1898.

Petrenko (A.G.) et D'Jachkin (I.I.). — Modifications des propriétés du makhorka au cours de la fermentation naturelle. *Sborn. n.-i. rabot.*, V.I.T.I.M., 150, 1958.

Pyriki (C.). — Ueber die Tabakfermentation. II. Die Reinasche als Vergleichsgrundlage zur Berechnung der Trockensubstanzabnahme. *Z. Lebensmitt.-Unters Forsch.*, Dtsch., 95, n° 4, 1952.

Pyriki (C.). — Au sujet de la fermentation du tabac. III. Modification de la matière sèche et comportement du pH. *Z. Lebensmitt.-Unters. Forsch.*, Dtsch., 97, n° 5, 1953.

Pyriki (C.). — Ueber die Tabakfermentation. IV, Die mengenmässige Veränderung der einzelnen Stickstoffsubstanzen. *Z. Lebensmitt.-Unters. Forsch.*, Dtsch., 98, n° 2, 1954.

Pyriki (C.). — Ueber die Tabakfermentation. V. Die mengenmässige Veränderungen der reduzierenden Stoffe sowie der Harze und Wachse. *Z. Lebensmitt.-Unters. Forsch.*, Dtsch., 98, n° 4, 1954.

Pyriki (C.). — Ueber die Tabakfermentation. VI. Die mengenmässige Veränderungen der organischen Säuren. *Ber. Inst. Tabakforsch.*, Dresden, 4-1, 1957.

Pyriki (C.). — Erkenntnisse auf dem Gebiet der Fermentation. *Ber. Inst. Tabakforsch.*, Dresden, 2-1, 1955.

Pyriki (C.) et Herrmann (R.). — Die organische Saüren in der Blattgutarten des Tabaks und deren Beziehung zur Qualität. *Ber. Inst. Tabakforsch.*, Dresden, 4-2, 1957.

Renier (A.). — Etude statistique de l'influence de l'insolation, de la sécheresse et de la température sur la teneur en nicotine du tabac. *Ann. Inst. Exp. Tabac*, Bergerac, vol. I, n° 2, 1951.

Roberts (A.H.) and Wood (D.J.). — The polyphenols and aminoacids of tobacco leaf. *Arch. Biochem. Biophys.*, U.S.A., 33, n° 2, 1951.

Sastry (A.S.). — Proc. Indian Acad. Sci. Section B, 38, 1953.

Schmuck (A.). — Chimie du tabac. Inst. f. Tobacco Industry, Krasnodar (U.R.S.S.), 1930.

Smirnov (A.I) et coll. — Bull. 46, U.R.S.S. State Inst. Tobacco Investigation, 1928.

Smirnov (A.I.). — La biochimie de la production du tabac. *Bull. Acad. Sci. U.R.S.S.*, 1936.

Smirnov (A.I.) et Izvoshikov (V.P.). — Chem. Abstracts, 25, 4657, 1931.

Spondr (V.). — Résultats des analyses chimiques de diverses variétés de tabac, récoltés aux différents stades de maturité. *Sbornik Prac. o Tabaku*, 1955.

Spondr (V.). — Modifications de la composition chimique des tabacs en feuilles dues à la fermentation. *Sbornik Prac. o Tabaku*, 1957.

Sunjic (K.). — Influence des différentes méthodes de séchage sur la qualité du tabac et la composition chimique des variétés d'Istrie et de Ravnjak (Herzégovine). I[er] Congrès scientifique Int. Tabac, Paris, 1955.

Tatarcev (M.). — Influence des défectuosités sur la composition chimique des tabacs d'Orient. Symposium Istanbul, 1960.

Tisnes (P.J.). — Etude chromatographique des variations des acides aminés libres du tabac au cours de la fermentation accélérée et naturelle. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. II, n° 2, 1955.

Tisnes (P.J.), Penven (R.) et Guilleau (L.). — Etude systématique des transformations biochimiques subies par le tabac durant la fermentation artificielle et naturelle. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. II, n° 3, 1956.

Trifkovic (B.). — Etude sur les fermentations naturelle et artificielle de deux tabacs cultivés en Suisse. Thèse Doct. Sci. nat., Genève, juill. 1945. Genève, Soc. genevoise d'Editions et d'Impression, 1948.

Trifu (I.), Mihailovici (I.) et Dimofte (N.). — La fermentation des feuilles de sommet des tabacs pour cigarettes. *Bull. Cult. Ferm., Tutun.,* Bucarest, 38, 1949.

Vaitzman (L.). — Contribution à l'étude chimique des tabacs belges. *Bull. Inst. Agr. et St. Rech. Gembloux,* V, n° 3 et 4, 1936.

Verdura (R.). — Transformations chimiques observées durant le séchage et la fermentation dans les tabacs subtropicaux cultivés sous toile. I[er] Congrès scientique Int. Tabac, Paris, 1955.

Vessereau, Rey, Niogret, Dehorne, Piron. — Rapport du groupe de travail sur la fermentation des tabacs en chambres chaudes. Décembre 1957.

Vessereau, Rey, Niogret, Dehorne, Piron. — Rapport provisoire sur les résultats des essais de fermentation en chambres chaudes. Décembre 1958.

Vessereau, Rey, Niogret, Dehorne, Piron. — Rapport au sujet des essais de fermentation artificielle sur la récolte 1958. Juillet 1960.

Viart (P.). — Etude du comportement des feuilles de tabac au cours de la dessiccation en feuilles ou par plantes entières. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. III, n° 1, 1958.

Viart (P.). — Etude chromatographique de la variation des acides aminés libres du tabac pendant le séchage à l'air naturel. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. III, n° 2, 1959.

Viart (P.). — Influence de l'époque de cueillette sur le comportement au séchoir de feuilles de tabac de la variété Paraguay : vitesse de dessiccation, perte de matière sèche, qualité des produits. Symposium Istanbul, 1960.

Viart (P.). — Observations sur le comportement des tabacs de la variété Paraguay soumis à la fermentation naturelle ou artificielle : pH, acidité de titration, acides aminés. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. III, n° 3, 1960.

Viart (P.) et Chouteau (J.). — Etude, en vases de végétation, de la fumure phosphatée du tabac Paraguay. II. Influence des apports de superphosphate sur certaines caractéristiques biochimiques des feuilles médianes. Variations au cours de la dessiccation à l'air naturel. *Ann. Inst. Exp. Tabac,* Bergerac, vol. III, n° 4, 1961.

Vickery (H. B.) and Meiss (A. N.). — Chemical investigations of the tobacco plant. IX. The effect of curing and of fermentation on the composition of the leaves. *Conn. Agr. Exp. Sta. New-Haven,* Bull. 569, 1953.

Vickery (H.B.), Pucher (G.W.), Wakeman (A.J.) and Leavenworth (C.S.). — Chemical investigations of the tobacco plant. Washington, D.C., Carnegie Inst. Washington, 1933.

Vickery (H.B.), Pucher (G.W.), Leavenworth (C.S.) and Wakeman (A.J.). — Chemical investigations of the tobacco plant. V. Chemical changes that occur during growth. Conn. Agr. Exp. Sta., Bull. 374, 1935.

Vickery (H.B.), Pucher (G.W.), Wakeman (A.J.), Leavenworth (C.S.). — The metabolism of amides in green plants. I. The amides of the tobacco leaf. *J. Biol. Chem.,* 119, 1937.

Young (J.R.) and Jeffrey (R.N.). — Changes in certain water-soluble nitrogenous constituents of Burley tobacco during curing. *Plant Physiol.,* 18, juill. 1943.

Zaporojanu (I.). — Contribution à l'étude des tabacs roumains. II. Substances réductrices. *Bull. Cult. Ferm. Tabac,* Bucarest, n° 1, 1940.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

DEUXIEME THÈSE

SUR LA DÉGRADATION DE LA NICOTINE AU COURS DE LA FERMENTATION DU TABAC

VU, BON A IMPRIMER :
Toulouse, le 5 mai 1962.
Le Doyen de la Faculté des Sciences,
E. DURAND.

VU ET PERMIS D'IMPRIMER :
Toulouse, le 8 mai 1962.
Le Recteur,
Président du Conseil de l'Université,
P. DOTTIN.

Bergerac - Imprimerie Générale du S.-O. (H. Trillaud et Cie)

Dépôt légal du 4e trimestre 1962 (N° 590)